



## **Diplomarbeit**

für Herrn cand. ing. Michael Tümmler

---

geb. am 22.07.1982 in Sömmerda

---

Studiengang Werkstoffwissenschaften

---

## **THEMA**

# **Röntgenografische Spannungsuntersuchungen an Schichtsystemen**

**Betreuende wiss. Mitarbeiter:** Prof. Dr.-Ing. habil. L. Spieß;  
Dr.-Ing. G. Teichert

---

**Themen Nr.:** 300 - 2008 - 190

---

**Ausgabetermin:** 15. Mai 2008      **Abgabetermin:** 9. Januar 2009

---

**Ilmenau, den 9. Januar 2009**

---

---

Prof. Dr. rer. nat. habil. P. Schaaf  
Vorsitzender des Prüfungsausschusses  
des Studiengangs Werkstoffwissenschaft

---

Prof. Dr.-Ing. habil. L. Spieß  
Verantwortlicher Professor



# **Aufgabenstellung zur Diplomarbeit**

für cand. ing. Michael Tümmler

---

**Thema:**  
**Röntgenografische Spannungsuntersuchungen an Schichtsystemen**

- Literaturrecherche neue Spannungsmessmethoden
- Literaturrecherche zu multiple hkl-Methoden im Dünnschichtmodus
- Spannungsmessungen an Schichten
- Gezielte Spannungsaufbringung mittels Biegemodul und Messung der Spannungen
- Komplexe Auswertung und Vergleich, Fehlerabschätzung der Methoden und Verfahren
- Evtl. Veröffentlichung

Ilmenau, den 15.05.2008

Prof. Dr.-Ing. habil. L. Spieß

# Erklärung

Hiermit versichere ich, die vorliegende Arbeit selbständig und ohne fremde Hilfe angefertigt zu haben. Die verwendete Literatur und sonstige Hilfsmittel sind vollständig angegeben.

Ilmenau, 9. Januar 2009

---

Michael Tümmeler

# Inhaltsverzeichnis

<b>Erklärung</b>	<b>III</b>
<b>Abbildungsverzeichnis</b>	<b>VI</b>
<b>Tabellenverzeichnis</b>	<b>IX</b>
<b>Symbolverzeichnis</b>	<b>X</b>
<b>Kurzfassung</b>	<b>XI</b>
<b>Abstract</b>	<b>XII</b>
<b>1 Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>2 Grundlagen</b>	<b>5</b>
2.1 Hartstoffe und Hartstoffverbunde . . . . .	5
2.1.1 Begriff Hartstoffe . . . . .	5
2.1.2 Wolframkarbidhartmetalle . . . . .	6
2.1.3 Hartstoffbeschichtungen . . . . .	7
2.2 Innere Spannungen . . . . .	8
2.2.1 Beeinflussung von Werkstoffeigenschaften durch Eigenspannungen . .	9
2.2.2 Entstehung von Spannungen beim Beschichten . . . . .	9
2.2.3 Beeinflussung der Spannung durch die Oberflächenmorphologie . . . .	12
2.2.4 Spannungen durch mechanische Bearbeitung . . . . .	12
2.3 Grundlagen der röntnographischen Eigenspannungsanalyse (RSA) . . . . .	15
2.3.1 Definition und Einteilung von Eigenspannungen . . . . .	15
2.3.2 Grundlegende Beziehungen in der RSA . . . . .	17
2.3.3 Röntnographische Spannungsanalyse mit dem $\sin^2\Psi$ -Verfahren . .	19
2.3.4 Rand- und Gleichgewichtsbedingung . . . . .	20
2.3.5 Schlußfolgerungen der freien Oberfläche für die Eigenspannungsanalyse	21
2.4 Spannungsgradientenbestimmung . . . . .	23
2.4.1 Einteilung der Methoden . . . . .	23
2.4.2 Tiefenabhängigkeit röntnographisch ermittelter Größen . . . . .	25

2.4.3	energie-dispersive Beugungsmethoden . . . . .	27
2.4.4	Ortsraum-Methoden . . . . .	29
2.4.5	<i>Laplace</i> -Methoden zur Bestimmung randschichtnaher Eigenspannungs- gradienten $\sigma(\tau)$ . . . . .	33
2.4.6	Möglichkeiten zur Übertragung der <i>Laplace</i> -Verteilungen $\sigma(\tau)$ in den Ortsraum . . . . .	36
2.4.7	Strain-Scanning-Verfahren . . . . .	38
<b>3</b>	<b>Experimentelle Durchführung</b>	<b>45</b>
3.1	Vorbehandlung der Substrate . . . . .	45
3.2	Röntgenographische Spannungsmessung . . . . .	46
3.2.1	Spannungsmessung am Biegemodul . . . . .	48
3.2.2	Spannungsgradientenmessung . . . . .	48
3.3	Weitere Untersuchungen . . . . .	49
<b>4</b>	<b>Ergebnisse und Auswertung</b>	<b>50</b>
4.1	Voruntersuchungen . . . . .	51
4.1.1	Röntgenographische Voruntersuchungen . . . . .	51
4.1.2	Untersuchungen am Strahlmittel . . . . .	58
4.2	Spannungsuntersuchungen am Biegemodul . . . . .	60
4.2.1	Biegemodulmessung an den THR-S Proben . . . . .	60
4.2.2	Biegemodulmessung an den TiCN-Oberflächen . . . . .	61
4.2.3	Biegemodulmessung an der Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Deckschicht . . . . .	62
4.3	Spannungsgradientenbestimmung . . . . .	63
4.3.1	unbeschichtetes Hartmetallsubstrat . . . . .	63
4.3.2	THR-S . . . . .	66
4.3.3	Gradientenmessung an den TiCN-Oberflächen . . . . .	68
4.3.4	Gradientenmessung an den Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Oberflächen . . . . .	70
<b>5</b>	<b>Schlussbemerkungen und Ausblick</b>	<b>73</b>
	<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>75</b>
<b>A</b>	<b>Anhang</b>	<b>83</b>

# Abbildungsverzeichnis

1.1	Einteilung in Tiefenbereiche von der Werkstoffoberfläche, die durch unterschiedliche Eigenspannungsanalyseverfahren zu erreichen sind . . . . .	2
1.2	Zusammenstellung diffraktometrischer Verfahren zur Bestimmung von Spannungsgradienten in Hinblick auf die oberflächennahe Analyse . . . . .	4
2.1	Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme des Bruchgefüges einer WC-WSP mit einer TiAlN-Hartstoffbeschichtung (Quelle: Lenk, WIDIA) . . . . .	6
2.2	Härte von TiN bzw. TiAlN in Abhängigkeit von der Temperatur [1] . . . . .	8
2.3	Schematische Darstellung der möglichen Ursachen für Eigenspannungen in PVD-Schichten . . . . .	9
2.4	Druckspannungen in einer PVD-Schicht auf einer idealen Substratoberfläche (a) sowie überlagerte Zug- und Scherspannungen an einer Kante (b), einer Pore (c), einer Erhöhung (d) und einer Rille (e) [2] . . . . .	12
2.5	Elementare Prozesse beim Schleifkorneingriff [3] . . . . .	13
2.6	Elementare Deformationsprozesse bei der Strahlbehandlung [3] . . . . .	14
2.7	Definition von Eigenspannungen in mehrphasigen Werkstoffen [4] . . . . .	16
2.8	Definition des Probenkoordinatensystems P und des Laborkoordinatensystems L in der RSA [5] . . . . .	18
2.9	a) spannungsfreies Gitter      b) verspanntes Gitter . . . . .	19
2.10	Mögliche Formen des Eigenspannungszustands, die im Randschichtbereich vielkristalliner Werkstoffe auftreten können [6]. Es gilt die Einstein'sche Summenkonvention . . . . .	21
2.11	Einteilung zerstörungsfreier diffraktometrischer Methoden zur Eigenspannungsanalyse nach der Informationstiefe und Verfahrenszugehörigkeit sowie Einordnung der entwickelten Ortsraummethode zur direkten Bestimmung von $\sigma(z)$ . . . . .	24
2.12	Geometrische Verhältnisse bei der Beugung an einer ebenen Probe zur Bestimmung der Intensitätsverhältnisse und Eindringtiefe . . . . .	25
2.13	Einteilung der diffraktometrischen Verfahren zur Eigenspannungsanalyse . . . . .	30

2.14	Geometrische Beschreibung des VE (a) und Zusammenhang von Ortsauflösung und Messrichtung (b und c). Der effektive Strahlweg $s$ ist bei gleichem Abstand von der Oberfläche $z$ in Transmission (b) deutlich geringer als in Reflexion (c) . . . . .	32
2.15	Zur Veranschaulichung des effektiven Messvolumens bei Kippung der Probe relativ zum ortsfesten Volumenelement . . . . .	39
2.16	Einteilung der Strain-Scanning - Synchrotronmethoden in [7] . . . . .	42
3.1	Messpunkt an den WSP der Sorte SEKN (WC(A), TiCN(B), EK(C) und 75(D))	46
3.2	Strahlanlage der Firma Auer Strahltechnik in Mannheim . . . . .	46
3.3	D5000 mit offener Eulerwiege(a) und mit Biegemodul(b) . . . . .	47
3.4	D5000 $\Theta/\Theta$ für die Gradientenmessung . . . . .	48
3.5	Funktionsprinzip des <i>GDA 750</i> der Firma <i>Spectrums</i> . . . . .	49
4.1	Übersichtsaufnahme des unbeschichteten Hartmetallsubstrates WC . . . . .	51
4.2	Spannungsmesswerte von dem unbeschichteten Hartmetallsubstrat WC . . . . .	52
4.3	Übersichtsaufnahme der beschichteten Hartmetallsubstrate mit THR-S . . . . .	53
4.4	Spannungsmesswerte von THR-S . . . . .	54
4.5	Übersichtsaufnahme der beschichteten Hartmetallsubstrate mit SEKN TiCN . . . . .	55
4.6	Spannungsmesswerte von SEKN TiCN . . . . .	55
4.7	Übersichtsaufnahme der beschichteten Hartmetallsubstrate mit SEKN EK . . . . .	56
4.8	Spannungsmesswerte von SEKN EK . . . . .	57
4.9	Übersichtsaufnahme der beschichteten Hartmetallsubstrate mit SEKN 75 . . . . .	58
4.10	Spannungsmesswerte von SEKN 75 . . . . .	58
4.11	Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme des genutzten Strahlmittels [8] . . . . .	59
4.12	Summenkurve der Korngrößenverteilung des Strahlmittels [8] . . . . .	59
4.13	mittlerer Spannungsverlauf beim Belasten für THR-S . . . . .	60
4.14	Aufnahme der THR-S Probe bei einer Belastung von 90N . . . . .	61
4.15	REM Aufnahmen des Biegestreifens bei 30N(links) und bei 85N(rechts) . . . . .	61
4.16	mittlerer Spannungsverlauf beim Belasten für SEKN TiCN und SEKN 75 . . . . .	62
4.17	mittlerer Spannungsverlauf beim Belasten für SEKN EK . . . . .	63
4.18	Gradientenmessung an dem unbeschichteten Hartmetallsubstrat mit polynomischer Regresionsfunktion . . . . .	64
4.19	Gradientenmessung an dem unbeschichteten Hartmetallsubstrat aufgetragen über die Tiefe mit polynomischer Regresionsfunktion . . . . .	65
4.20	Gradientenmessung an THR-S mit polynomischer Regresionsfunktion . . . . .	66
4.21	Gradientenmessung an THR-S aufgetragen über die Tiefe mit polynomischer Regresionsfunktion . . . . .	67

4.22	Gradientenmessung an SEKN TiCN und SEKN 75 mit polynomischer Regresionsfunktion . . . . .	68
4.23	Gradientenmessung an SEKN TiCN und SEKN 75 aufgetragen über die Tiefe mit polynomischer Regresionsfunktion . . . . .	69
4.24	Gradientenmessung an SEKN EK und SEKN 75 NS mit polynomischer Regresionsfunktion . . . . .	70
4.25	Gradientenmessung an SEKN EK und SEKN 75 NS aufgetragen über die Tiefe mit polynomischer Regresionsfunktion . . . . .	71
A.1	GDOES Aufnahme vom Schichtsystem THR-S . . . . .	83
A.2	GDOES Aufnahme vom Schichtsystem SEKN TiCN . . . . .	83
A.3	GDOES Aufnahme vom Schichtsystem SEKN EK . . . . .	84
A.4	GDOES Aufnahme vom Schichtsystem SEKN 75 . . . . .	84
A.5	Peakposition von TiN(311) im Vordergrund und Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (201) im Hintergrund, dessen Auftreten erst bei $\theta = 17^\circ$ beginnt. . . . .	85
A.6	Auszug aus der PDF Datenbank und die berechneten Peaks für Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> für größere Winkel . . . . .	86



# Tabellenverzeichnis

2.1	Parameter der Eindringtiefe $\tau$ in Abhängigkeit der angewandten . . . . .	35
3.1	Zusammensetzung und Behandlungsarten der untersuchten Proben . . . . .	45
4.1	Übersicht der verwendeten elastischen Konstanten für Kupferstrahlung . . .	50

# Symbolverzeichnis

$AlN$		Aluminiumnitrid
$at\%$		Atomprozent
$d_0$	[nm]	Netzebenenabstand der dehnungsfreien Probe
$d_\Psi$	[nm]	Netzebenenabstand der dehnungsbehafteten Probe in Abhängigkeit vom Winkel $\Psi$
$E^{\{hkl\}}$	[GPa]	Elastizitätsmodul der Netzebenenschar, die durch die Indizes h, k und l definiert wird
$E_S$	[GPa]	Elastizitätsmodul der Schicht
$PVD$		Physical vapour deposition (physikalische Gasphasenabscheidung)
$r_A$	[pm]	Atomradius
$REK$		röntgenographische Elastizitätskonstanten
$s_1^{\{hkl\}}, \frac{1}{2}s_2^{\{hkl\}}$		Elastizitätskonstanten für die Netzebenenschar $\{hkl\}$
$TiAlN$		Titanaluminiumnitrid
$TiC$		Titatkarbid
$TiN$		Titannitrid
$WC$		Wolframkarbid
$WSP$		Wendeschneidplatte
$\alpha_S$	[K <sup>-1</sup> ]	mittlerer thermischer Ausdehnungskoeffizient der Schicht
$\alpha_U$	[K <sup>-1</sup> ]	mittlerer thermischer Ausdehnungskoeffizient des Substrates
$\varepsilon_{\phi, \Psi}$		Dehnung in der durch die Winkel $\phi$ und $\Psi$ definierten Richtung
$2\Theta$	[°]	Beugungswinkel, d.h. Winkel zwischen einfallendem und gebeugtem Röntgenstrahl
$\lambda$	[nm]	Wellenlänge der Röntgenstrahlen
$\nu_S$		Querkontraktionszahl der Schicht
$\nu^{\{hkl\}}$		Querkontraktionszahl der Netzebenenschar, die durch die Indizes h, k und l definiert wird
$\sigma$	[MPa]	Normalspannung
$\phi$	[°]	Winkel zwischen einer festen Richtung in der Ebene der Probe und der Projektion der Normalen zu den Beugungsebenen in dieser Ebene
$\Psi$	[°]	Winkel zwischen der Normalen der Probenoberfläche und der Normalen der Beugungsebenen

# Kurzfassung

Im ersten Teil dieser Arbeit werden die verschiedene Spannungsmessmethoden mittels Röntgendiffraktometrie miteinander verglichen und analysiert. Im folgenden sind diese im Rahmen der Erprobung eines Biegemoduls innerhalb eines Diffraktometers an Hartmetallschichtsystemen verifiziert wurden.

Der zweite Teil dieser Diplomarbeit befasst sich mit den verschiedenen Möglichkeiten der experimentellen Bestimmung von tiefenveränderlichen Eigenspannungszuständen in Hartstoffschichten. Ziel ist es, einachsige Eigenspannungstiefenverteilungen im intermediären Bereich zwischen der Werkstoffoberfläche und dem Volumen zu ermitteln, einem Bereich, der mit den konventionellen Röntgenbeugungsverfahren nicht mehr zu erfassen ist. Im Rahmen einer Recherche werden zunächst die zur Verfügung stehenden experimentellen Methoden der Eigenspannungsgradientenermittlung zusammengestellt und in ihren wichtigsten Eigenschaften dargelegt.

Besonderen Wert wird in der Arbeit auf die Untersuchung mit der Methode ‘multiple hkl’ gelegt, welche es erlaubt, Spannungsgradienten in Materialien zu untersuchen. Hierbei werden die Proben unter verschiedenen festen Einstrahlwinkeln über einen Detektorscan untersucht und die somit erhaltenen Spannungswerte können im Anschluß als Verlauf gegenüber der Eindringtiefe der Röntgenstrahlung aufgetragen werden.

Das Untersuchte Material in der Arbeit betrifft die Hartstoffschichten aus TiCN, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> mit CVD aufgebracht und TiAlN welches mit PVD aufgebracht wurden ist.

# Abstract

In the first part of the work compared the different tension measuring analyses by means of X-Ray diffraction with each other. These are in the following were in the context of the prooftesting of a bend module, verified within a diffraction at hard metal thin film systems.

The second part of this master thesis deals with the different possibilities of the experimental regulation of depth variable tension of one's own conditions into mechanically resistant coatings. It is aim to find uniaxial tension of one's own depth distributions area out for intermediaries in this between the material surface model and the volume, an area which does not have to be included any more with the conventional radiograph diffraction methods. In the context of an enquiry, at first the depht variable determines are arranged by own tension and in its most important qualities explain.

The experimental methods available Value is special attached to the examination in the work with the method 'multiple hkl' which permits to examine tension gradients into materials. The samples are examined under different firm angles of incidence about a Detektorscan and the therefore received voltage ratings can be applied on the X radiation in the connection as a course opposite the penetration depth.

The examined material in the work concerns the mechanically resistant coatings  $\text{Al}_2\text{O}_3$  with CVD outragedly from TiCN and TiAlN which one were found with PVD is.

# 1 Einleitung

Die Bedeutung, die den Eigenspannungen in der Materialforschung zukommt, ist bestimmt durch ihre Überlagerung mit den einsatzbedingten Lastspannungen gemäß dem Superpositionsprinzip, wodurch sie die mechanischen Eigenschaften der Bauteile maßgeblich mit beeinflussen [3]. So führen Druckeigenspannungen an der Oberfläche im Allgemeinen zu einer Erhöhung der Ermüdungsfestigkeit, weil sie die im Betrieb auftretenden Lastspannungen kompensieren können. Dies ist z.B. bei Turbinenschaufeln der Fall. Zugeigenspannungen im Randbereich können dagegen zu einem schnelleren Versagen des Bauteils führen. Doch auch Druckeigenspannungen sind nicht immer positiv zu bewerten. Bei der Herstellung von Schneidwerkstoffen werden z. B. Hartstoffschichten verwendet, die die Verschleißbeständigkeit erhöhen. Werden Druckeigenspannungen in den Schichten jedoch zu hoch, platzen diese ab und führen somit zum Versagen des Werkzeugs. Daraus leiten sich die hohen Anforderungen ab, die an die Analyse der Eigenspannungen zu richten sind.

Schon in den 30er Jahren des letzten Jahrhunderts wurde die Bedeutung der zerstörungsfreien Eigenspannungsanalyse mittels röntgenographischer Beugungsmethoden für polykristalline Werkstoffe erkannt [9]. Die entsprechenden Verfahren nutzen die Verschiebung der Interferenzlinien hkl, die durch die Dehnungen im Material entstehen, zur Spannungsanalyse. Dabei wird anhand von Messungen in einzelnen Probenrichtungen auf die entsprechenden Komponenten des Spannungstensors geschlossen.

Einen entscheidenden Schritt in der Entwicklung der röntgenographischen Eigenspannungsanalyse (RSA) bildete die Einführung des  $\sin^2\psi$ -Verfahrens (vgl. Abschnitt 2.3.3). Es hat die RSA in der Materialforschung etabliert und bildet die Grundlage für viele der heute in der modernen RSA vorhandenen Analysemethoden. Die Anwendung der  $\sin^2\psi$ -Methode ist jedoch an gewisse Voraussetzungen bezüglich des oberflächennahen Eigenspannungszustands gebunden, deren Nichterfüllung zu erheblichen Abweichungen von einem linearen  $d_{\varphi\psi}(\text{hkl})$ - $\sin^2\psi$ -Verlauf führen kann. Die Interpretation nicht-linearer Verläufe ist teilweise sehr schwierig.

Die Aufgabe für die Spannungsanalyse besteht deshalb darin, die Eigenspannungen in ihrer lokalen Verteilung sowohl an der Oberfläche als auch im Inneren von Werkstoffen und Bauteilen zu erfassen. Die Anwendung optimierter und neuer Methoden ermöglicht hierbei

eine höhere räumliche Auflösung. Unter den experimentellen Methoden nimmt die diffraktometrische Spannungsanalyse eine Schlüsselposition ein. Erstens erlaubt sie durch die Zerstörungsfreiheit weiterführende Untersuchungen an denselben Proben. Zweitens trägt sie durch Trennbarkeit von Mikro- und Makrospannungen der Mehrphasigkeit vieler Werkstoffe Rechnung, indem sie phasenselektive Ergebnisse liefert. Drittens ermöglicht sie wegen der hohen Ortsauflösung die Abbildung steiler Gradienten.

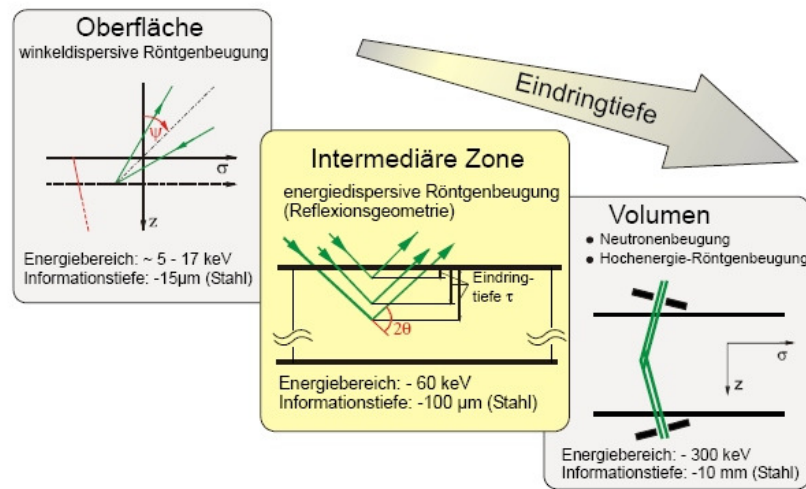


Bild 1.1: Einteilung in Tiefenbereiche von der Werkstoffoberfläche, die durch unterschiedliche Eigenspannungsanalyseverfahren zu erreichen sind

Die große Anzahl an diffraktometrischen Methoden, die unter Einsatz von Neutronen-, Synchrotron- und Röntgenstrahlung für die Lösung verschiedener Fragestellungen bis heute entwickelt wurden, zeigt, dass es sich bezüglich der tiefenauflösenden Verfahren als zweckmäßig erwiesen hat, unabhängig von der Strahlungsart eine Einteilung in sogenannte „Laplace“- und „Ortsraum“-verfahren vorzunehmen.

Die *Laplace*-Methoden erlauben die Erfassung oberflächennaher Eigenspannungsverteilungen mit einer hohen Auflösung. Die „natürliche“ Tiefenauflösung  $\tau$  resultiert in diesem Fall aus der exponentiellen Strahlschwächung aufgrund der Probenabsorption in der Reflexionsanordnung. Diese bewirkt die unterschiedliche Wichtung einzelner Subschichten parallel zur Oberfläche, in die man sich das Material zerlegt denken kann. So lassen sich mit herkömmlichen Röntgenquellen üblicherweise Eindringtiefen von einigen zehn Mikrometern und mittels hochenergetischer Synchrotronstrahlung von einigen hundert Mikrometern erzielen.

Die mit den *Laplace*-Methoden erhaltenen Ergebnisse gestatten zunächst nur eine vergleichende Bewertung der Eigenspannungen  $\sigma(\tau)$  in ähnlichen Proben bezüglich des Laplace-Raumes. In vielen Fällen zielen die Fragestellungen der Ingenieure aber auf die Eigenspannungsverteilungen  $\sigma(z)$  im Ortsraum ab. Die bisherige Vorgehensweise, aus den bestimmten Laplace-Verteilungen die Ortsraumverteilungen zu berechnen, indem die experimentell ermittelten Datenpunkte durch geeignete Funktionen angepasst und anschließend durch inverse Laplace-Transformation (ILT) in den Ortsraum überführt werden, ist aufgrund der Streuungen der Daten mit Unsicherheiten behaftet und führt oftmals zu instabilen Lösungen.

Die Ortsraummethoden hingegen liefern bei Nutzung von Sonden hoher Eindringtiefe, wie Neutronen- oder Synchrotronstrahlung, Dehnungsverteilungen  $\epsilon(z)$  im Werkstoffvolumen. Dabei werden die Messvolumina durch ortsfeste Blenden im primären und sekundären Strahlengang begrenzt und die Probe relativ zum Volumenelement (VE) unter verschiedenen Orientierungen translatiert („Strain-Scanning“). Die Form und Ausdehnung des VE bestimmt die Ortsauflösung, die bei Neutronen im Bereich von Millimetern liegt und im Falle von Synchrotronstrahlung einige hundert Mikrometer beträgt. Randschichtnahe Bereiche können nur durch sukzessives Eintauchen des VE („Through-Surface-Strain-Scanning“) erschlossen werden. Da dieses Vorgehen mit einer Vielzahl von experimentell bedingten Korrekturfaktoren verbunden ist, kann es nur begrenzt verwendet werden. Hinzu kommt, dass die Berechnung der Spannungen  $\sigma(z)$  aus den experimentell zugänglichen Dehnungsverläufen  $\epsilon(z)$  an eine Reihe einschränkender Voraussetzungen hinsichtlich des Spannungszustandes gebunden ist.

Bei der Untersuchung von Spannungstiefenprofilen mittels Beugungsmethoden besteht eine Informationslücke, der sogenannte „intermediäre Bereich“, der durch die konventionellen Röntgenbeugungsmethoden nicht mehr zu erreichen ist und in dem die Neutronenbeugungsverfahren noch nicht sensitiv genug sind. Dieser intermediäre Bereich, der bei einigen  $10\mu\text{m}$  unter der Oberfläche beginnt und bis zu rund 1mm unter die Oberfläche reicht, ist von hohem praktischen Interesse, da hier eine Vielzahl von versagenskritischen Prozessen ihren Ursprung haben. Dies belegen unter anderem zahlreiche Arbeiten z.B. [10], die die Eigenspannungstiefenverteilungen in diesem Bereich nach sukzessivem Abtrag der Oberfläche mittels konventioneller Röntgenbeugungsmethoden bestimmen haben.

Aus wirtschaftlicher Sicht ist somit die Kenntnis der Eigenspannungstiefenverteilung im intermediären Bereich sehr wichtig, um Versagensmechanismen zu verstehen, doch der hohe zeitliche Aufwand im Falle der Abtragsmethoden und die damit verbundene Zerstörung des Werkstoffs fördern das Interesse an alternativen Messmethoden. Aus wissenschaftlicher Sicht kommt hinzu, dass sich im intermediären Bereich der Übergang zwischen dem zweiachsigen Oberflächeneigenspannungszustand und dem dreiachsigen Volumeneigenspannungszustand vollzieht. Mit Hilfe dieser Abtragsmethoden sind zum einen nur zweiachsige Eigenspannungs-

	LAPLACE	Strain-Scanning		Abtrag
<u>Zugängliche Spannungskomponenten:</u>		in Transmission	in Reflexion	
$\sigma_{11}, \sigma_{22}$	+	+	-	+
$\sigma_{11}, \sigma_{22}, \sigma_{33}$	+	-	-	-
$\sigma_{13}, \sigma_{23}$	+	-	-	+
<u>Tiefe/Auflösung</u>				
Max. Tiefe [ $\mu\text{m}$ ]	100	>> 100	100	>> 100
Übliche Tiefenauflösung bei der Messung [ $\mu\text{m}$ ]	1	> 200	>50	je nach Abtragsschritt
<u>Verfahren/Probleme:</u>				
Selbstkonsistenz ( $d_0$ -Problematik)	+	-	-	+
Zuverlässige Bestimmung der Ortsraumverteilung	-	+	+	+
<u>Anwendung:</u>				
Zerstörungsfrei	+	+	+	-
Oberflächennahe Gradient	+	-	(-)	+
Oberflächennahe vergrabene Schichten gleicher Zusammensetzung, Spannung 2-achsig und rotationssymmetrisch	-	(-)	+	(+)

Bild 1.2: Zusammenstellung diffraktometrischer Verfahren zur Bestimmung von Spannungsgradienten in Hinblick auf die oberflächennahe Analyse

zustände zu bestimmen und zum anderen sind die ermittelten Eigenspannungstiefenverläufe noch bezüglich der herausgelösten Eigenspannungen zu korrigieren.

Innerhalb der letzten 15 Jahre gab es verschiedene Ansätze, den intermediären Bereich sowohl mit klassischen Volumenmethoden als auch von der Oberfläche her zu untersuchen. Doch die Versuche, diesen Bereich vom Volumen her zu erschließen, sind bis auf wenige Spezialfälle auf die Bestimmung von Dehnungsverteilungen beschränkt. Energiedispersiv arbeitende Methoden in Reflexion scheinen hier ein größeres Potential zu besitzen. Bild 1.1 zeigt verschiedene Möglichkeiten unterschiedliche Werkstofftiefenbereiche zu erfassen.

Ziel dieser Arbeit ist nun die Weiterentwicklung und der Einsatz eines mit *Laplace*-Methode arbeitenden Röntgenbeugungsmessverfahren in Reflexionsanordnung zur Analyse von Eigenspannungstiefengradienten. Bei dem simultan das gesamte Beugungsspektrum unter einem konstanten Beugungswinkel detektiert und dessen einzelne Reflexe unterschiedlichen Tiefen zugeordnet werden können.



## 2 Grundlagen

### 2.1 Hartstoffe und Hartstoffverbunde

#### 2.1.1 Begriff Hartstoffe

Unter dem Begriff Hartstoffe fasst man alle Stoffe zusammen, welche eine Vickershärte von über 1000 HV haben [11]. Starke Bindungskräfte zwischen den Gitterbausteinen sind für diese hohe Härte verantwortlich. Aus diesem Grund kennzeichnet sich diese Stoffgruppe auch durch eine hohe Schmelztemperatur, kleine thermische Ausdehnungskoeffizienten und hohe Elastizitätsmodule aus [12]. Man kann zwischen metallischen und nichtmetallischen Hartstoffen unterscheiden.

#### Metallische Hartstoffe

Als metallische Hartstoffe bezeichnet man die chemischen Verbindungen der Übergangsmetalle der 4a- bis 7a- Gruppe des Periodensystems mit Kohlenstoff, Stickstoff, Bor oder Silizium. Da diese Werkstoffe eine gute elektrische sowie thermische Leitfähigkeit sowie einen positiven Temperaturkoeffizienten für den elektrischen Widerstand aufweisen, können sie als intermetallische Phasen angesehen werden. Körper aus reinen metallischen Hartstoffen können durch Sintern oder Heißpressen hergestellt werden. Ihr Einsatz ist, aufgrund ihrer Sprödigkeit, jedoch sehr beschränkt. Einsatz finden sie als Heizleiter, Kathodenwerkstoff oder Tiegelmateriale. Große technische Bedeutung hingegen haben sie als Verbundwerkstoffe mit metallischen Bindern [12].

#### Nichtmetallische Hartstoffe

Als nichtmetallische Hartstoffe werden die Verbindungen von Kohlenstoff, Stickstoff, Bor oder Silizium untereinander bezeichnet. Auch einige Oxide (z. B.  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{ZrO}_2$ ) gehören zu dieser Werkstoffgruppe. Nichtmetallische Hartstoffe kommen in der Natur vor (Korund, Diamant) oder müssen künstlich hergestellt werden (Siliziumkarbid, Borkarbid) [11]. Es können Bindungsverhältnisse herrschen, die von kovalenter Bindung bis zur Ionenbindung reichen. Metallische Bindungen kommen nicht vor. Daher gibt es keine metallische Leitfähigkeit, allerdings weisen einige dieser Stoffe Halbleitereigenschaften auf. Die meisten nichtmetallischen Hartstoffe sind allerdings Isolatoren.

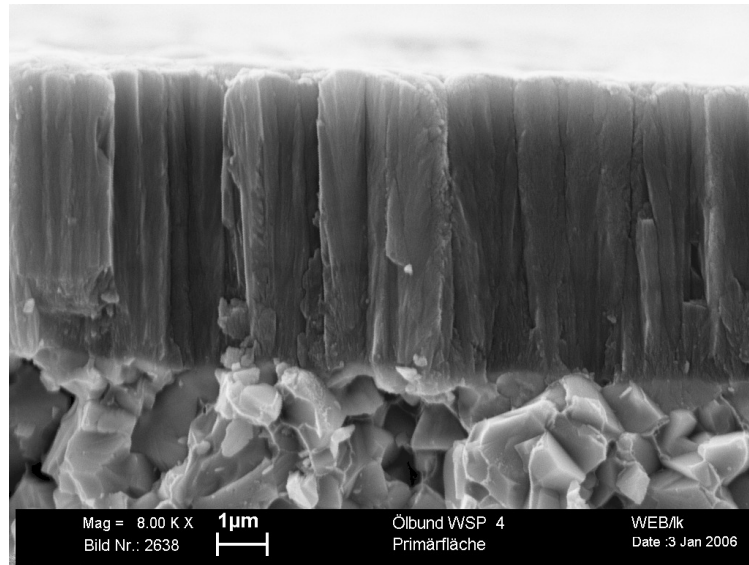


Bild 2.1: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme des Bruchgefüges einer WC-WSP mit einer TiAlN-Hartstoffbeschichtung (Quelle: Lenk, WIDIA)

### Hartmetalle

Vor allem im deutschen Sprachgebrauch versteht man unter Hartmetall vor allem die Kombination von, aufgrund ihrer Härte meist spröden, metallischen Hartstoffen und relativ weichen und zähen Metallen (Kobalt, Nickel, Eisen). Diese werden als Binder oder Bindemetalle bezeichnet. Mengenmäßig nehmen die Hartstoffteilchen den größten Anteil ein und werden vom dazwischenliegenden Bindemetall in einer Art Hartlötung „zusammengekittet“. Man kann hier von einem Verbundwerkstoff sprechen, da Hartstoff und Bindemetall im Wesentlichen als getrennte Gefügebestandteile mit definierten Korngrenzen vorliegen. Es gibt Hartmetalle, die neben der Bindephase reine Hartstoffe enthalten und solche die verschiedene Hartstoffe miteinander kombinieren. Dabei können die unterschiedlichen Stoffe miteinander chemisch reagieren, ineinander gelöst sein oder gemischt nebeneinander vorliegen. Mit zunehmendem Gehalt an Bindemetall verringert sich die Härte des Verbundes, aber die Zähigkeit steigt. Hartmetall wird heutzutage meist mittels Sintertechnik in Form gebracht.

#### 2.1.2 Wolframkarbidhartmetalle

Wolfram-(mono)karbid nimmt unter den Hartstoffen eine besondere Stellung ein. In Verbindung mit verschiedenen Mengen von Kobalt als Bindemetall erhält man ein Hartmetall, das sich durch höchste Zähigkeit und hervorragende Verschleißfestigkeit auszeichnet. Im Vergleich zu anderen Hartstoffen, z.B. TiN, weist WC einen außerordentlich hohen E-Modul auf und die Härte sowie der elektrische Widerstand sind deutlich geringer. Man kann sagen, dass der metallische Charakter vom WC ausgeprägter als der vom TiC ist. Dies führt auch dazu, dass die Benetzbarkeit des Wolframkarbids mit schmelzflüssigen Metallen, vor allem

mit Kobalt, besser ist als bei anderen Karbiden. Dies hängt einerseits mit der guten Löslichkeit des WC's in metallischen Schmelzen zusammen und andererseits damit, dass es keine fest haftenden, schwer löslichen Oxidschichten bildet.

Was für die Eigenschaften des eigentlichen Hartmetalls von Vorteil ist, erweist sich bei der Zerspanung mit reinem Wolframkarbid als Nachteil, da es auch von heißen ablaufenden Spänen durch Oxidation und Diffusion leicht aufgelöst wird. Aus diesem Grund können reine WC-Co- Hartmetalle nicht für die Stahlzerspanung eingesetzt werden [11]. Um Wolframkarbid dennoch für die Stahlbearbeitung nutzen zu können, ist eine Beschichtung mit einem anderen Hartstoff oder der Zusatz anderer Karbide notwendig.

### 2.1.3 Hartstoffbeschichtungen

Da Härte und Zähigkeit gegenläufige Eigenschaften sind, kann eine Steigerung der Härte und somit der Verschleißfestigkeit nur auf Kosten der Zähigkeit erfolgen. Aus diesem Grund versucht man seit den 50er Jahren des vorigen Jahrhunderts den zähen Kern von Werkzeugen mit besonders harten Randzonen zu umgeben. Als besonders vorteilhaft hat sich dabei die Beschichtung von Hartmetallen mit anderen Hartstoffen herausgestellt [11]. Dazu werden heute eine Vielzahl chemischer, physikalischer und mechanischer Verfahren angewandt. Begonnen hat die Entwicklung mit TiC- Beschichtungen. Ständig werden neue Anforderungen, wie höhere Standzeiten, neue zu bearbeitende Werkstoffe oder höhere Schnittgeschwindigkeiten (Hochgeschwindigkeitszerspanen) an die Werkzeuge gestellt. Oft reichen dann diese Schichten, zum Beispiel wenn hohe Temperaturen beim Zerspanen entstehen, nicht mehr aus. TiAlN weist beispielsweise eine wesentlich höhere Temperaturbeständigkeit auf als reines TiN, Bild 2.2. Heutzutage gibt es deshalb eine große Zahl an verschiedenen Schichten und Schichtkombinationen (Multilayer), welche für die Bearbeitung verschiedenster Werkstoffe optimiert worden sind. Die Entwicklung auf diesem Gebiet ist längst nicht abgeschlossen. Ein Beispiel für einen solchen Schicht-Substratverbund ist in Bild 2.1 dargestellt. Dabei handelt es sich um ein WC- Hartmetallsubstrat mit einem Kobaltgehalt von 6 % der Firma Kennametal WIDIA GmbH & Co. KG in Essen (THM), welches mit einer TiAlN- Beschichtung der Firma CemeCon in Würselen versehen ist [8].

Gegenüber TiN hat TiAlN außerdem einen besseren Oxidationswiderstand. Farbe und elektrische Eigenschaften variieren je nach Gehalt von AlN. TiAlN liegt metastabil in der kubische Kristallstruktur vor (NaCl-Gitter) und zerfällt bei höheren Temperaturen in kubisches TiN und AlN, welches im Wurtzitgitter stabil kristallisiert. Die Löslichkeit von TiN und AlN im festen Zustand ist nur sehr gering. Dennoch ist es möglich, metastabile TiAlN- Verbindungen als dünne Schichten abzuschneiden. Dies kann durch zwei Mechanismen geschehen. Der erste wäre, den Beschichtungsprozess so zu führen, dass die kinetischen Voraussetzungen für eine Umwandlung nicht gegeben sind. Dies kann durch geringe Substrattemperaturen

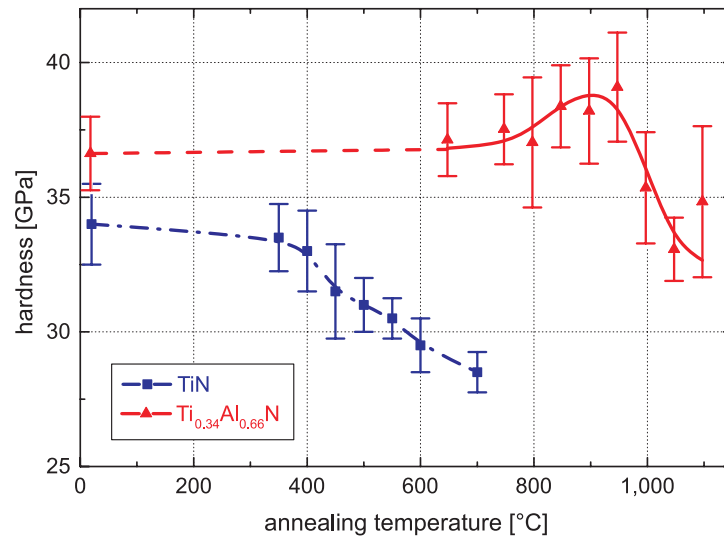


Bild 2.2: Härte von TiN bzw. TiAlN in Abhängigkeit von der Temperatur [1]

und hohe Abscheideraten realisiert werden. Die andere Voraussetzung, um eine Stabilisierung zu erreichen, wäre eine Kombination aus ähnlichem Gitter, hoher Übersättigung und einem großem Volumenunterschied zwischen den stabilen- und metastabilen Phasen. Diese Bedingungen sind für die meisten PVD- Verfahren erfüllt, so dass sich jene meist für die Schichtherstellung eignen [13].

## 2.2 Innere Spannungen

Als Eigenspannungen werden die in einem freien Körper vorhandenen inneren Spannungen bezeichnet, die sich selbst kompensieren, wenn auf die Grenzfläche des Körpers keine äußeren Kräfte, Momente oder Dehnungsbehinderungen wirken [14]. Daraus folgt, dass die mit den Spannungen in Verbindung stehenden Kräfte und Momente im Gleichgewicht stehen. Festkörper sind grundsätzlich nicht eigenspannungsfrei. Innere Spannungen können in reversible und irreversible innere Spannungen unterteilt werden. Der Unterschied liegt hierbei in der Ursache ihrer Entstehung. Ursache für reversible Eigenspannungen sind Unterschiede im thermische Ausdehnungskoeffizient von Substrat- und Schichtmaterial. Deshalb werden sie auch als thermische Eigenspannungen bezeichnet. Irreversible Eigenspannungen werden auch als intrinsische Eigenspannungen bezeichnet. Ihre Ursache liegt in einer Differenz der Gitterkonstanten bzw. dem atomaren Aufbau der Schicht (z.B. Anzahl der Fehlstellen, Fremdatome) [15].

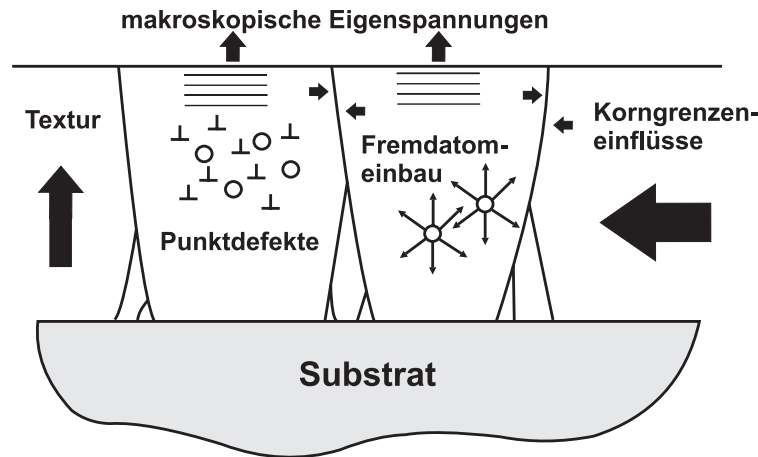


Bild 2.3: Schematische Darstellung der möglichen Ursachen für Eigenspannungen in PVD-Schichten

### 2.2.1 Beeinflussung von Werkstoffeigenschaften durch Eigenspannungen

Spannungen können das Festigkeitsverhalten von Werkstoffen positiv beeinflussen. Erwünscht sind dabei vor allem Druckeigenspannungen an der Oberfläche, da diese eine Rissausbreitung verhindern können [16]. Eine von außen einwirkende Kraft muss erst die vorhandenen Druckspannungen überwinden, ehe eine Zugspannung, die vorherrschende Spannungsart die zu Rissen führt, aufgebracht werden kann. Für Schneidkörper bedeutet dies eine Erhöhung der Standzeit, vor allem beim Zerspanen mit Schnittunterberechnungen [17]. Dass der Verschleiß von Zerspanwerkzeugen mit dem Eigenspannungszustand korreliert, zeigen die Literaturstellen [17, 18]. Mit Abnahme der Druckspannungen verringert sich die Standzeit. Es konnten den einzelnen Spannungsniveaus sogar gleiche charakteristische Verschleißbilder zugeordnet werden. Obwohl schon nach relativ kurzen Eingriffszeiten ein Abbau der Spannungen erfolgt, führen diese zu verbessertem Schneidverhalten [19]. Zu hohe Druckspannungen sind aber ebenfalls unerwünscht, da sie, vor allem bei unzureichender Schichthaftung, zu Delamination führen können. Deshalb ist es notwendig, ein Optimum für die inneren Spannungen zu finden.

### 2.2.2 Entstehung von Spannungen beim Beschichten

Über die Einstellung der Parameter bei der Beschichtung ist es möglich, die Gefügestruktur und somit auch die Schichteigenschaften gezielt zu beeinflussen. Die Schichtbildung vollzieht sich in mehreren Schritten. Trifft ein verdampftes bzw. zerstäubtes Atom auf das Substrat auf, wird seine gesamte kinetische Energie auf die Oberfläche übertragen und es lagert sich, zunächst nur lose gebunden, auf der Oberfläche ab. Dieses Adatom diffundiert, bei vorliegen günstiger Randbedingungen (hohe Temperaturen, glatte Oberflächen), auf der Substratoberfläche bis es einen niederenergetischen Platz findet. Es kann aber auch die Oberfläche, z.B.

durch Desorption, wieder verlassen oder in das Innere des Gitters diffundieren. Dieser Ablauf wird vor allem von der Rauheit der Oberfläche, den Bindungsenergien und der Energie der Schichtatome bestimmt. Die Oberflächenrauheit führt zu Abschattungseffekten, die einen um so geringeren Einfluss haben, je größer die Energie der Schichtteilchen ist [20]. Nach der Bildung eines stabiler Keims können in den wachsenden Inseln schon erste Spannungszustände auftreten. Sobald die Inseln beginnen sich zu berühren, kommt es zu Wachstumsbehinderungen. Daraus resultieren so genannte Normalspannungen, also Spannungen parallel zur Grenzfläche zwischen Schicht und Substrat [15].

Spannungen in Schichten setzen sich additiv aus drei Anteilen zusammen. Diese entstehen während allen Phasen des Beschichtungsvorganges von der Keimbildung ( $\sigma_{Keimbildung}$ ) über das Schichtwachstum ( $\sigma_{Schichtwachstum}$ ) bis zur Abkühlung nach der Beschichtung ( $\sigma_{Abkühlung}$ ) [21]:

$$\sigma = \sigma_{Keimbildung} + \sigma_{Schichtwachstum} + \sigma_{Abkühlung} \quad (2.1)$$

### Keimbildungsanteil

Die ersten Spannungen entstehen durch unterschiedliche Gitterkonstanten von Schicht und Substrat (misfit). Dieser Anteil kann durch Versetzungsbildung reduziert werden. Er nimmt mit zunehmenden Abstand von der Substratoberfläche ab, liegt in der Größenordnung von 10...100 MPa und hat eine Reichweite von ca. 1  $\mu\text{m}$ .

### Schichtwachstumsanteil

Die Ursache für die Zunahme der Spannungen während des Wachstums der Schicht liegt in dem Beschuss der wachsenden Schicht mit neutralen Teilchen und Ionen. Dies führt zu einer Generierung von Gitterfehlern. Diese Punktdefekte führen zu hohen inneren Druckspannungen. Als mögliche Gitterfehler, die zu einem Anstieg der Spannung führen seien genannt:

- Substitution von Schichtatomen durch Atome des Reaktivgases
- Einbau von Arbeitsgasatomen auf regulären- und Zwischengitterplätzen
- Einbau von Reaktivgasatomen auf Zwischengitterplätzen
- Einbau von Verunreinigungen, z.B. Sauerstoff

Dabei kann der Einfluss der Verunreinigungen beim „sauberen“ Arbeiten vernachlässigt werden. Es wird auch vermutet, dass die große Zahl an Korngrenzen einen Einfluss hat. Die kinetische Energie der Partikel ist hoch genug, dass diese leicht in die Korngrenzen implantiert werden können und dadurch hohe Druckspannungen hervorrufen.

All diese Effekte rufen eine Volumenänderung  $\Delta V/V$  in der wachsenden Schicht hervor. Unter der Annahme eines nicht verformbaren Substrates kann  $\sigma_{\text{Schichtwachstum}}$  mit Verwendung von E-Modul ( $E_S$ ) und Querkontraktionszahl ( $\nu_S$ ) der Schicht berechnet werden [21]:

$$\sigma_{\text{Schichtwachstum}} = -\frac{1}{3} \cdot \frac{\Delta V}{V} \cdot \frac{E_S}{1 - \nu_S} = -\frac{1}{3} \cdot \frac{E_S}{1 - \nu_S} \cdot \sum \Omega_i \cdot c_i \quad (2.2)$$

Dabei ist  $\Omega_i$  die spezifische Volumenänderung durch den Defekt und  $c_i$  die Konzentration des Defektes  $i$ .

Die inneren Spannungen beim Schichtwachstum werden von einer ganzen Reihe von Parametern während des Beschichtungsvorganges beeinflusst. Einflussgrößen sind z.B.: Restgasdruck, Kondensationsgeschwindigkeit, Schichtdicke oder Schichtstruktur. Über die Regelung der Prozeßparameter können Eigenspannungen gezielt eingestellt werden.

### Abkühlungsanteil

Der Anteil  $\sigma_{\text{Abkühlung}}$  entsteht durch unterschiedliche thermische Ausdehnungskoeffizienten von Schicht und Substrat ( $\sigma_T$ ) oder durch Festphasenreaktionen, wie Phasenumwandlungen oder Ausscheidungsprozesse während des Abkühlvorganges ( $\sigma_{PU}$ ). Dies ergibt somit:

$$\sigma_{\text{Abkühlung}} = \sigma_T + \sigma_{PU} \quad (2.3)$$

Festkörperreaktionen können das Volumen und die Spannungen der Schicht beeinflussen. Aufgrund der relativ geringen Temperaturen bei den PVD-Verfahren sind diffusionsgesteuerte Phasenumwandlungen nicht möglich, andere, z.B. martensitische Umwandlungen können allerdings nicht ausgeschlossen werden.

Der thermische Anteil lässt sich mit Hilfe der thermischen Ausdehnungskoeffizienten von Schicht ( $\alpha_S$ ) und Substrat ( $\alpha_U$ ) über Gleichung 2.4 berechnen [21]:

$$\sigma_T = E_S(\alpha_S - \alpha_U)(T_B - T_M) \quad (2.4)$$

Er ist vom Unterschied zwischen Beschichtungstemperatur ( $T_B$ ) und Meßtemperatur ( $T_M$ ) abhängig. Dies bedeutet für TiN mit einem thermischen Ausdehnungskoeffizienten von  $\alpha = 9 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  auf Wolframkarbid mit einem Ausdehnungskoeffizienten von  $\alpha = 4,8 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  dass Zugspannungen entstehen. Der thermische Anteil ist geringer als der wachstumsbedingte, er überschreitet nicht den Betrag von 1 GPa [21, 22]. Eine schematische Übersicht über die Ursachen von Eigenspannungen bei der Schichtbildung zeigt Bild 2.3. Die inneren Spannungen können nicht beliebig groß werden. Entweder wird bei großen Spannungen das Substrat verformt oder es kommt zu einem Abbau der Spannungen durch Rissbildung. Bei hohen Temperaturen kann es auch zu Spannungsabbau durch Ausheilung der Defekte kommen [21].

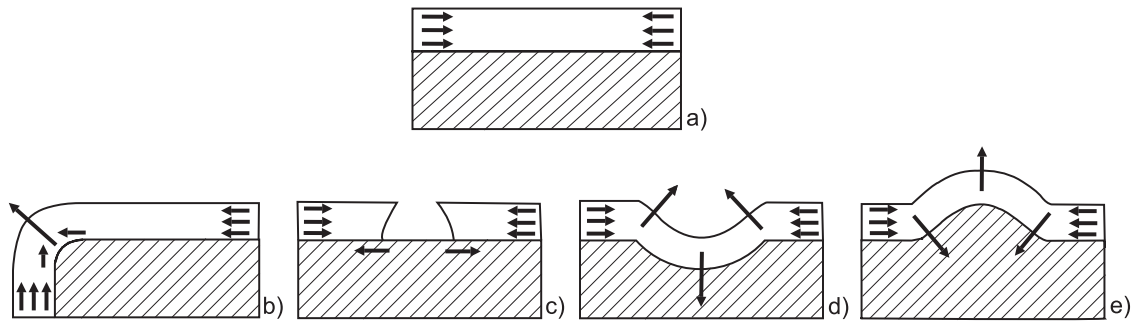


Bild 2.4: Druckspannungen in einer PVD-Schicht auf einer idealen Substratoberfläche (a) sowie überlagerte Zug- und Scherspannungen an einer Kante (b), einer Pore (c), einer Erhöhung (d) und einer Rille (e) [2]

### 2.2.3 Beeinflussung der Spannung durch die Oberflächenmorphologie

In PVD-Schichten werden fast ausschließlich hohe Druckspannungen nachgewiesen. Ein solches Verhalten ist für unendlich ausgedehnte, perfekt flache und glatte Substrate in Bild 2.4a dargestellt. Technische Oberflächen allerdings weichen immer mehr oder weniger von dieser Idealform ab. Am häufigsten treten Abweichungen in Form von Kanten, Poren, Kratzern und Erhöhungen auf. Diese führen dann in der Schicht zu Zug- und Scherspannungen, wodurch eine teilweise Kompensation der Druckspannungen erfolgt. Für die vier elementaren „Oberflächenfehler“ ist dies in den Bildern 2.4b-e qualitativ dargestellt. Eine messtechnische Erfassung solcher Spannungsgradienten ist zur Zeit nicht möglich, allerdings wurden in [2] Berechnungen zu diesem Sachverhalt mit der Methode der finiten Elemente durchgeführt.

### 2.2.4 Spannungen durch mechanische Bearbeitung

Die durch die mechanische Behandlung angestrebte Veränderung der Werkstoffoberfläche führt zu lokalen elastischen sowie plastischen Deformationen und/oder Gefügeumwandlungen. Sowohl bei der spanenden, als auch bei der spanlosen Umformung läuft eine Vielzahl von Prozessen ab. Diese sind nicht nur von den angewandten Verfahren und den verwendeten Prozessparametern abhängig, sondern auch vom Bauteilwerkstoff und seinem Zustand. Durch gezielte, umfangreiche Untersuchungen war es dennoch möglich, allgemein gültige Aussagen zu treffen.

Bei kristallinen Werkstoffen führen Randschichtverformungen immer zu einer Änderung von Art, Dichte und Verteilung der Gitterstörungen. Dies hat eine Änderung der randschichtnahen Eigenspannungszustände zur Folge [3]. Für die vorliegende Arbeit sind vor allem die Vorgänge beim Schleifen und Strahlen interessant und sollen deshalb hier näher betrachtet werden.



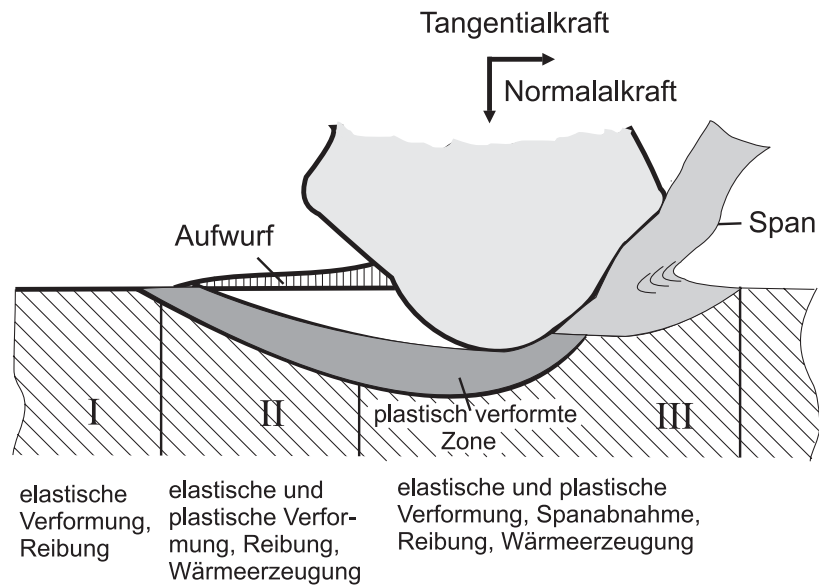


Bild 2.5: Elementare Prozesse beim Schleifkorneingriff [3]

### Schleifen

Bild 2.5 verdeutlicht, wie komplex die Vorgänge beim Schleifen sind. In den verschiedenen Stadien des Schleifkorneingriffs kommt es zu elastischen und plastischen Verformungen sowie einer Temperaturerhöhung durch Reibung und Schervorgänge. Alle Abläufe überlagern sich zur resultierenden Spannung. Welche dieser Anteile dominieren, hängt von der Relativgeschwindigkeit zwischen Werkzeug und Werkstoff, vor allem aber von der Duktilität des Werkstückwerkstoffs ab. Die Entstehung von Eigenspannungen beim Schleifen kann mechanische und thermische Ursachen haben.

Der mechanische Anteil ist einem zeitlichen Verlauf während des Schleifkorneingriffs unterworfen. Während anfänglich geringe Druckspannungen entstehen, kommt es später zu hohen Zugspannungen, die zu Plastizierungen führen. In der Entlastungsphase kommt es zu einer Vorzeichenumkehr der Spannungen und es bleiben hohe Druckeigenspannungen zurück.

Durch die Erwärmung der Werkstoffrandzone beim Schleifen kommt es zu thermisch bedingten Spannungen. Wird die temperaturabhängige Werkstoffstreckgrenze überschritten, kommt es zu einer plastischen Kompression der Oberfläche, was nach dem Abkühlen zu Zugspannungen führt. Diese überlagern sich gegebenenfalls mit umwandlungsbedingten Eigenspannungen.

Solche Zusammenhänge wurden an metallischen Werkstoffen untersucht, sind aber auch auf Hartstoffe übertragbar. Aufgrund der hohen Härte der Hartstoffe ist die Einflusszone aber wesentlich kleiner als bei metallischen Werkstoffen. Demzufolge kommt es zu sehr steilen

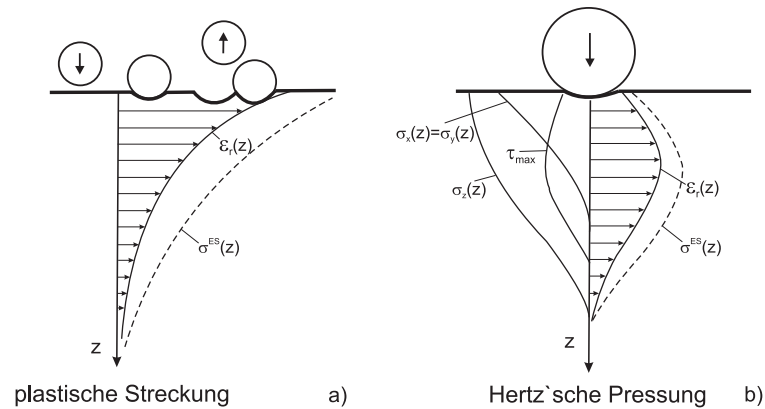


Bild 2.6: Elementare Deformationsprozesse bei der Strahlbehandlung [3]

Eigenspannungsgradienten. Beim Schleifen von Hartmetallen wird in der Regel mit Diamantscheiben und Kühlschmierung gearbeitet. Dadurch, und aufgrund der großen thermischen Stabilität der Hartstoffe, ist der thermische Einfluss vernachlässigbar. Es entstehen im Wesentlichen Druckeigenspannungen [3].

### Strahlen

Beim Strahlen erfolgt eine Umwandlung der kinetischen Energie der Strahlmitteleilchen, welche von der Masse und der Geschwindigkeit der Partikel abhängig ist. Elementarprozess dabei ist ein elastisch-plastischer Stoßvorgang. Das Entstehen der Eigenspannungen ist auf die dabei auftretenden örtlichen inhomogenen plastischen Deformationen an der Werkstoffoberfläche zurückzuführen. Im Wesentlichen ist beim Strahlen die mechanische Beanspruchung für die Entstehung von Spannungen verantwortlich, da nach [3] thermische Effekte vernachlässigbar sind.

Sinnvoll ist es, zwischen zwei unterschiedlichen plastischen Deformationsprozessen zu unterscheiden. Einerseits kommt es unmittelbar an der Werkstückoberfläche zu einer plastischen Streckung, Bild 2.6a, und andererseits zu einer Hertz'schen Pressung, welche einen inhomogenen dreiaxigen Spannungszustand bewirkt, Bild 2.6b. Es wird angenommen, dass die plastische Streckung an der Oberfläche am stärksten ist. Es kommt zu dem in Bild 2.6a dargestellten Spannungsverlauf. Die Hertz'sche Pressung führt zu dem in Bild 2.6b dargestellten Eigenspannungsverlauf mit einem Maximum in einer bestimmten Tiefe  $z$ . Auch die sich nach dem Strahlen einstellenden Eigenspannungen resultieren dann aus der Überlagerung der verschiedenen Prozesse. An der Oberfläche von gestrahlten Werkstoffen sind Druckspannungen zu erwarten. Es ist wichtig zu beachten, dass es sich bei diesen Ausführungen um sehr stark vereinfachte Betrachtungen handelt. Der tatsächliche Spannungsverlauf ist von einer großen Menge an Parametern beeinflusst, z.B. der Härte von Strahlgut und Strahlmittel, der Strahlmittelgeschwindigkeit und geometrischen Einflüssen. Die experimentellen Ergebnisse (an Stählen) zeigen aber gute Übereinstimmungen mit der Theorie.

## 2.3 Grundlagen der röntgenographischen Eigenspannungsanalyse (RSA)

### 2.3.1 Definition und Einteilung von Eigenspannungen

Mechanische Spannungen von Bauteilen lassen sich in Last- und Eigenspannungen einteilen. Lasteigenspannungen werden durch äußere Kräfte verursacht, während Eigenspannungen als diejenigen Spannungen zu verstehen sind, die in einem abgeschlossenen System vorliegen, auf das keine äußeren Kräfte und Momente einwirken [23]. Demnach befinden sich die mit den Eigenspannungen verbundenen Kräfte und Momente im mechanischen Gleichgewicht.

Eigenspannungen lassen sich nach verschiedenen Kriterien klassifizieren. Führt man die Entstehungsursachen aus werkstoffwissenschaftlicher Sicht an, so erweist sich die Einteilung in thermische Eigenspannungen, Umwandlungseigenspannungen, Biegeeigenspannungen usw. als sinnvoll [24]. Aus technologischer Sicht lassen sich die Eigenspannungen nach der Ursache beispielsweise als Bearbeitungs-, Füge- und Wärmebehandlungseigenspannungen einteilen [3].

Eine weitere Möglichkeit zur Einteilung der Eigenspannungen, die insbesondere für die röntgenographische Eigenspannungsanalyse zweckmäßig ist, ist die Einteilung nach ihrem Wirkungsbereich [25]. Man unterscheidet hierbei drei verschiedene Reichweiten:

Eigenspannungen I. Art sind über größere Werkstoffbereiche (mehrere Körner) nahezu homogen. Die mit Eigenspannungen I. Art verbundenen inneren Kräfte sind bezüglich jeder Schnittfläche durch den ganzen Körper im Gleichgewicht. Die inneren Momente verschwinden in Bezug auf eine beliebige Achse. Abweichungen vom Kräfte- und Momentengleichgewicht resultieren in makroskopischen Maß- und Formänderungen des Körpers.

Eigenspannungen II. Art sind über kleine Werkstoffbereiche (ein Korn oder Kornbereiche) annähernd homogen. Die mit ihnen verbundenen inneren Kräfte und Momente sind über hinreichend viele Körner im Gleichgewicht. Abweichungen von diesem Gleichgewicht können zu makroskopischen Maßänderungen führen.

Eigenspannungen III. Art sind über kleinste Werkstoffbereiche (einige Atomabstände) inhomogen. Die inneren Kräfte und Momente, die mit den Eigenspannungen III. Art verbunden sind, befinden sich bezüglich kleiner Bereiche (Teile eines Korns) im Gleichgewicht. Bei Eingriffen in dieses Gleichgewicht treten keine makroskopischen Maßänderungen auf.

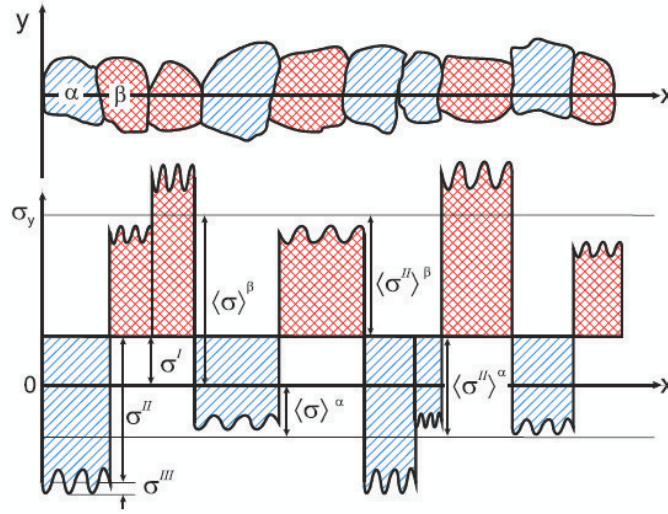


Bild 2.7: Definition von Eigenspannungen in mehrphasigen Werkstoffen [4]

Da die Definition der Eigenspannungen I., II. und III. Art zunächst keine getrennte Betrachtung der Phasen beinhalten, wurde in Hinblick auf die Phasenselektivität der röntnographischen Eigenspannungsanalyse eine Erweiterung des Eigenspannungsbegriffes vorgenommen [26]. Die phasenspezifischen Mittelwerte  $\langle \sigma^{II} \rangle^a$  und  $\langle \sigma^{III} \rangle^a$  Bild 2.7 werden herangezogen, um die phasenhomogenen Eigenschaften  $\langle \sigma \rangle^a$  zu definieren [27]:

$$\langle \sigma \rangle^a = \sigma^I + \langle \sigma^{II} \rangle^a + \langle \sigma^{III} \rangle^a \quad (2.5)$$

Die Summe der mittleren phasenspezifischen Eigenspannungen  $\langle \sigma \rangle^a$  über alle Phasen gewichtet mit dem jeweiligen Phasengehalt  $V_\alpha$  ergibt die Eigenspannungen I. Art [28]

$$\sum_{\alpha=1}^n V_\alpha \langle \sigma \rangle^a = \sigma^I \quad (2.6)$$

wobei  $n$  die Anzahl der vorhandenen Phasen und  $V_\alpha$  der Volumenanteil der jeweiligen Phase ist. Die mittleren Eigenspannungen II. Art müssen sich in jedem hinreichend großen Teilvolumen kompensieren, sodass gilt:

$$\sum_{\alpha=1}^n V_\alpha \langle \sigma^{II} \rangle^a = 0 \quad (2.7)$$

Sie bringen die Verspannung der einzelnen Phasen gegeneinander zum Ausdruck. In einem zweiphasigen Gefüge besitzen folglich die phasenspezifischen Eigenspannungen II. Art unterschiedliche Vorzeichen. Die Bild 2.7 zeigt die Anteile der phasenspezifischen Spannungen für ein zweiphasiges Gefüge.

Häufig in der Literatur vorkommende Begriffe sind Makro-, Mikro- sowie Pseudomakrospannungen [28]. Die Beziehung zwischen diesen Begriffen und der vorangegangenen Definition bilden die folgenden Zusammenhänge [25]:

$$\begin{aligned}\sigma^{Makro} &= \sigma^I \\ \sigma^{Mikro} &= \sigma^{II} b_{zw} \cdot \sigma^{III} \\ \sigma^{PS,\alpha} &= \langle \sigma \rangle^\alpha\end{aligned}\tag{2.8}$$

Makroeigenspannungen sind auf der makroskopischen Skala homogen, während Mikrospannungen selbst auf der mikroskopischen Skala noch variieren können. Der Begriff der „Pseudomakrospannung“ bringt zum Ausdruck, dass die phasenhomogenen Spannungen sowohl von makroskopischer als auch von mikroskopischer Natur sind. Makroskopischer Natur sind sie, da sie gemäß ihrer Definition die Mittelwerte über einen hinreichend großen Werkstoffbereich (Messvolumen) darstellen. Von mikroskopischer Natur sind sie, weil sie der Mikrostruktur des Werkstoffes Rechnung tragen, denn die Kristallite einer Phase im Messvolumen müssen nicht notwendigerweise benachbart sein.

### 2.3.2 Grundlegende Beziehungen in der RSA

Die diffraktometrische Spannungsanalyse polykristalliner Werkstoffe beruht auf der Ermittlung der Netzebenenabstände  $d_{\varphi\psi}(hkl)$  gemäß der Bragg'schen Gleichung

$$n\lambda = 2d(hkl)\sin\theta(hkl)\tag{2.9}$$

in verschiedenen Messrichtungen  $(\varphi, \psi)$  bezogen auf ein Probenkoordinatensystem P Bild 2.8. Diejenigen Kristallite, deren beugende Netzebenen  $(hkl)$  senkrecht zur Messrichtung  $L_3$  des Laborkoordinatensystems stehen, tragen zur Reflexion bei.

Die Überführung des Laborsystems L in das Probensystem P geschieht durch eine Drehung  $\varphi$  um die  $L_3 - Achse$  und eine anschließende Kippung  $\psi$  um die neu entstandene  $L_2 - Achse$ . Eine weitere Drehung um die neu entstandene  $L_3 - Achse$  im Sinne einer Eulertransformation [29] ist nicht notwendig, da für die RSA nur die  $L_3 - Richtung$  entscheidend ist. In der Praxis wird im Allgemeinen die Probe im Diffraktometer gegen das Laborsystem bewegt. Dies führt zu denselben Transformationsbeziehungen.

Die Gitterdehnungen in Messrichtung  $(\varphi, \psi)$  lassen sich nun aus den ermittelten Netzebenenabständen  $d_{\varphi\psi}(hkl)$  und dem Netzebenenabstand des unverspannten Gitters  $d_0(hkl)$  bestimmen.

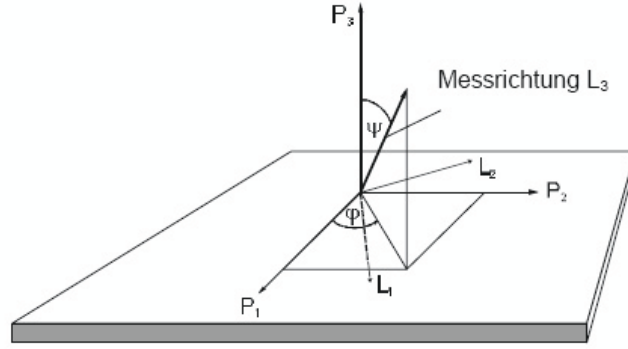


Bild 2.8: Definition des Probenkoordinatensystems P und des Laborkoordinatensystems L in der RSA [5]

$$\epsilon_{\varphi\psi}(hkl) = \frac{d_{\varphi\psi}(hkl) - d_0(hkl)}{d_0(hkl)} \quad (2.10)$$

Die grundlegende Beziehung der RSA, die den Gitterdehnungen  $\epsilon_{\varphi\psi}(hkl)$  in Messrichtung die Spannungen im Probenkoordinatensystem zuordnet, folgt unter Verwendung des Hooke'schen Gesetzes aus der Transformation der Gitterdehnungen  $\epsilon_{\varphi\psi}$  in das Probensystem P [30], [31]:

$$\begin{aligned} \epsilon_{33}(hkl) &= \epsilon_{\varphi\psi}(hkl) \\ &= \frac{1}{2}s_2(hkl)[(\sigma_{11}\cos^2\varphi + \sigma_{22}\sin^2\varphi + \sigma_{12}\sin 2\varphi)\sin^2\psi \\ &\quad + (\sigma_{13}\cos\varphi + \sigma_{23}\sin\varphi)\sin(2\psi) + \sigma_{33}\cos^2\psi] + s_1(hkl)(\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}) \end{aligned} \quad (2.11)$$

$s_1(hkl)$  und  $\frac{1}{2}s_2(hkl)$  sind die diffraktionselastischen Konstanten (DEK), die im Fall einer statistischen Orientierungsverteilung der Kristallite den Zusammenhang zwischen den Dehnungen in Messrichtung und dem Spannungstensor bilden. Ihre Abhängigkeit von der Netzebenenschar  $hkl$  ist bedingt durch die elastische Anisotropie der einzelnen Kristallite im polykristallinen Verbund, wodurch die Eigenspannungen zu unterschiedlichen Dehnungen  $\epsilon_{\varphi\psi}$  in verschiedenen Kristallrichtungen führen. Die DEK können entweder experimentell z.B. durch Gitterdehnungsmessungen im Vierpunkt-Biegeversuch bestimmt oder nach Modellen von z.B. Reuss [32], Eshelby/ Kröner [33] [34] oder Voigt [35] aus den elastischen Einkristallkonstanten berechnet werden. Dabei gehen die Berechnungen von einer unterschiedlichen Kopplung der einzelnen Kristallite im Vielkristall aus. Im Reuss'schen Modell wird von einer homogenen Spannungsverteilung in den Kristalliten ausgegangen, im Modell von Voigt dagegen von einer homogenen Deformation. In beiden Modellen werden die Randbedingungen entweder bezüglich der Deformation oder der Spannungen verletzt. Demgegenüber geht der Ansatz von Eshelby/Kröner von der elastischen Polarisierbarkeit des anisotropen Kristalliten

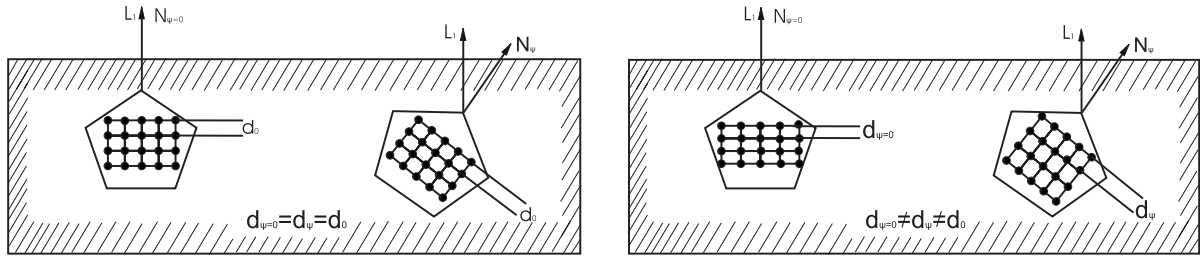


Bild 2.9: a) spannungsfreies Gitter      b) verspanntes Gitter

in einer isotropen Matrix aus und trägt damit der Richtungsabhängigkeit von Spannung und Dehnung gleichermaßen Rechnung.

### 2.3.3 Röntgenographische Spannungsanalyse mit dem $\sin^2\Psi$ -Verfahren

Die röntgenographische Spannungsmessung stellt eines der wichtigsten Verfahren zur Bestimmung von Eigenspannung dar [36]. Sie beruht auf der Ermittlung der durch die Spannungen hervorgerufenen Gitterdeformationen (Änderung des Netzebenenabstandes). Diesen werden mit Hilfe des Hooke'schen Gesetzes Spannungen zugeordnet. Je nach Werkstoff beträgt die Eindringtiefe der Röntgenstrahlung einige  $\mu\text{m}$ . Die ermittelten Spannungswerte müssen als Mittelwert über die gesamte Eindringtiefe gesehen werden. Unter allen röntgenographischen Verfahren kann das  $\sin^2\Psi$ -Verfahren als Standardverfahren angesehen werden. Im spannungsfreien Zustand sind die Abstände der Netzebenen, unabhängig von ihrer Lage in der Probe, gleich. Es gilt  $d_{\Psi=0} = d_{\Psi} = d_0$ , Abbildung 2.9a.

Spannungen im Werkstoff führen zu einer Deformation des Gitters und somit zu einer Änderung des Netzebenenabstandes von  $d_0$  zu  $d_{\Psi=0}$  bzw.  $d_{\Psi}$ , Abbildung 2.9b. Diese Gitterdeformation kann über eine Änderung des Braggwinkels bestimmt werden, die ein monochromatischer Röntgenstrahl erfährt, wenn sich der Netzebenenabstand von  $d_0$  zu  $d$  ändert. Über die Bragg'sche Gleichung erhält man folgenden Zusammenhang:

$$\Delta\theta = \theta - \theta_0 = -\tan\theta_0 \left( \frac{d - d_0}{d_0} \right) \quad (2.12)$$

Die Empfindlichkeit mit der  $\Delta\theta$  ermittelt werden kann, ist umso größer, je größer der Beugungswinkel  $2\theta$  der untersuchten Netzebene ist. Laut DIN-EN 15305 sollte bei Winkeln  $> 130^\circ$  und nach Möglichkeit nicht bei Winkeln  $< 120^\circ$  gemessen werden. Dies erhöht die Empfindlichkeit der Dehnungsmessung und verringert die Empfindlichkeit gegenüber Ausrichtfehlern. Grundsätzlich bedeutet eine Verschiebung der Peaklage zu größeren  $2\theta$ -Winkeln dass Druckspannungen vorliegen, wogegen eine Verschiebung zu kleinen  $2\theta$ -Winkeln auf Zugspannungen hindeuten. Um Spannungen zu quantifizieren, müssen die ermittelten Gitterdehnungen mit elastizitätstheoretischen Aussagen verknüpft werden.

### 2.3.4 Rand- und Gleichgewichtsbedingung

Die Eigenspannungen müssen in ihrer Verteilung den kontinuumsmechanischen Rand- und Gleichgewichtsbedingungen genügen, die aus der Elastizitätstheorie hervorgehen [37].

Die makroskopischen Gleichgewichtsbedingungen besagen, dass in einem abgeschlossenen System, auf das keine äußeren Kräfte und Momente wirken, die resultierenden Kräfte und Momente bezüglich jeder Querschnittsfläche  $A$  über den gesamten Körper verschwinden müssen. Für die Makroeigenspannungen folgt daraus nach [28] das Kräftegleichgewicht

$$\int_A \sigma_{ij} dA = 0 \quad (2.13)$$

sowie das Momentengleichgewicht

$$\int_A r \times \sigma_{ij} dA = 0 \quad (2.14)$$

wobei  $dA$  den jeweiligen Flächenvektor beschreibt.

Die Definition der Eigenspannungen legt bereits fest, dass sie quellenfrei sind, was der mathematischen Formulierung  $\text{div} \sigma = 0$  entspricht [34]. Schreibt man dies komponentenweise unter Verwendung der Symmetrie des Spannungstensors auf, so erhält man die differentiellen Gleichgewichtsbedingungen:

$$\begin{aligned} \frac{\partial \sigma_{11}}{\partial x} + \frac{\partial \sigma_{12}}{\partial y} + \frac{\partial \sigma_{13}}{\partial z} &= 0 \\ \frac{\partial \sigma_{21}}{\partial x} + \frac{\partial \sigma_{22}}{\partial y} + \frac{\partial \sigma_{23}}{\partial z} &= 0 \\ \frac{\partial \sigma_{31}}{\partial x} + \frac{\partial \sigma_{32}}{\partial y} + \frac{\partial \sigma_{33}}{\partial z} &= 0 \end{aligned} \quad (2.15)$$

die in jedem Punkt des Werkstoffs gelten. Weitere Bedingungen, die aus der Elastizitätstheorie hervorgehen und in jedem Punkt der Oberfläche anzuwenden sind, sind die Randbedingungen,

$$\sum_{j=1}^3 \sigma_{ij} n_j = F_i = 0 \quad (2.16)$$

wobei  $n_j$  den Normaleneinheitsvektor auf der Oberfläche beschreibt. Sie besagen, dass an der Oberfläche keine nach außen bzw. innen gerichteten Kräfte  $F_i$  auftreten dürfen, die zu einer freien Verformung bzw. Bewegung des Körpers führen würden.



### 2.3.5 Schlußfolgerungen der freien Oberfläche für die Eigenspannungsanalyse

Während die makroskopischen Gleichgewichtsbedingungen für die Betrachtung des oberflächennahen Eigenspannungszustands nur von geringer Bedeutung sind, lässt sich aus den differentiellen Rand- und Gleichgewichtsbedingungen eine Reihe von Konsequenzen für den oberflächennahen Eigenspannungszustand ableiten. Die Wichtigste ist, dass Eigenspannungen generell nur in Form von Gradienten auftreten können [28]. Die Stärke des jeweils auftretenden Gradienten hängt dabei vor allem von der Vorgeschichte des Werkstoffs ab. Dies betrifft sowohl die Herstellung des Materials als auch die anschließende Bearbeitung, sei sie nun mechanischer oder thermischer Natur.

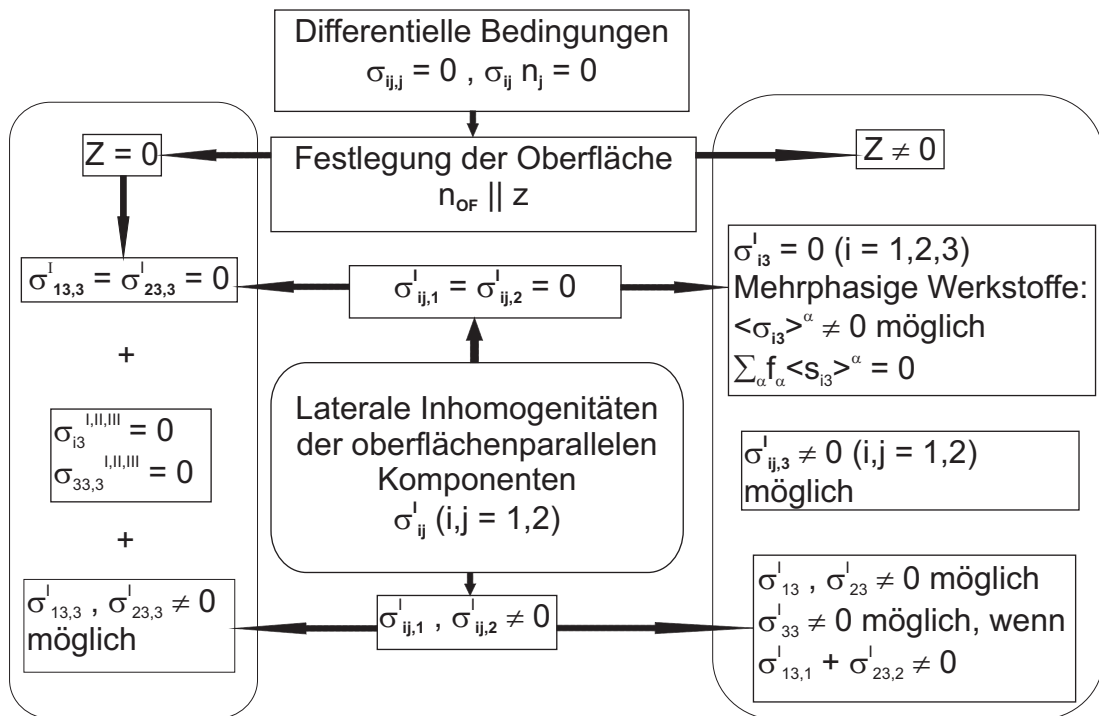


Bild 2.10: Mögliche Formen des Eigenspannungszustands, die im Randschichtbereich vielkristalliner Werkstoffe auftreten können [6]. Es gilt die Einstein'sche Summenkonvention

Einen Überblick über die möglichen Eigenspannungszustände gibt Bild 2.10. Das Probenkoordinatensystem wird im Folgenden derart gewählt, dass die Oberflächennormale  $n_3$  der Probe mit der  $z$ -Richtung des Probenkoordinatensystems ( $x, y, z$ ) zusammenfällt. Aus den Randbedingungen 2.16 folgt nun, dass die  $z$ -Komponenten  $\sigma'_{i3}$  ( $i=1, 2, 3$ ) des Eigenspannungstensors eine Sonderstellung einnehmen, weil sie als Folge der Randbedingungen an der Oberfläche ( $z=0$ ) null sein müssen. Unter Verwendung der dritten differentiellen Gleichge-

wichtsbedingung 2.15 folgt, dass auch die Ableitung  $\sigma_{33}(z)/z$  an der Oberfläche  $z = 0$  sein muss, weil die Ableitungen der Scherkomponenten  $\sigma_{i3,1}(z = 0)$  und  $\sigma_{i3,2}(z = 0)$  ( $i=1, 2$ ) aufgrund der Randbedingungen null sind. Unmittelbar unter der Oberfläche kann hingegen ein vollständig dreiachsiger Eigenspannungszustand vorliegen. Er muss lediglich den differentiellen Gleichgewichtsbedingungen 2.15 genügen.

Treten jedoch keine makroskopischen Gradienten  $\sigma_{ij,k}^I$  ( $i, j, k=1, 2$ ) der lateralen (in-plane) Eigenspannungen  $\sigma_{ij}^I$  ( $i, j=1, 2$ ) in x- und y-Richtung auf, wie es z.B. beim Kugelstrahlen senkrecht zur Oberfläche der Fall ist (mit Ausnahme der Kanten), so schränkt dies den möglichen Eigenspannungszustand weiter ein. In diesem Fall können aufgrund von 2.15 in einphasigen Werkstoffen keine Eigenspannungen I. Art der Komponenten ( $i=1, 2, 3$ ) unterhalb der Oberfläche auftreten. In mehrphasigen Werkstoffen hingegen können die phasenspezifischen Eigenspannungen von null verschiedene Werte unterhalb der Oberfläche ( $z>0$ ) annehmen, auch wenn keine Gradienten der in-plane Komponenten vorliegen. Sie müssen sich nur gemäß 2.10 im Mittel über sämtliche Phasen  $\alpha$  in jeder Tiefe  $z$  kompensieren [28]. Es handelt sich bei ihnen demnach um mittlere Eigenspannungen II. Art.

Treten hingegen Gradienten der oberflächenparallelen (in-plane) Spannungskomponenten  $\sigma_{ij}^I$  ( $i, j=1, 2$ ) auf, so ist mit Makroeigenspannungen der Form ( $i=1,2,3$ ) zu rechnen. Der Übergang vom zweiachsigen Oberflächen- zum dreiachsigen Volumeneigenspannungszustand vollzieht sich in einer gewissen Tiefe unterhalb der Oberfläche. Die Kenntnis dieses Übergangsbereiches ist für die Auswertung von besonderem Interesse, da er darüber entscheidet, ob bei der Eigenspannungsanalyse ein zweiachsiger Ansatz genügt oder ein dreiachsiger Eigenspannungszustand berücksichtigt werden muss. So wurde in einer theoretischen Arbeit [38] ein Kriterium ermittelt, das beschreibt, unter welchen Voraussetzungen innerhalb der Strahleindringtiefe mit einem dreiachsigen Eigenspannungszustand zu rechnen ist, wenn eine periodische Verteilung der in-plane Eigenspannungen vorgegeben ist. Dies ist immer genau dann der Fall, wenn die „Wellenlänge der Gittereigenspannung“ (Periodizität der Eigenspannungsverteilung in x- und y-Richtung) kleiner ist als die Eindringtiefe  $\tau$  der verwendeten Strahlung.

In der Nähe von Kanten ist hingegen immer mit dem Auftreten dreiachsiger Eigenspannungsfelder zu rechnen, da hier die Randbedingungen für beide Oberflächen gleichermaßen gelten und somit zu steilen Gradienten der in-plane Komponenten führen. Aus diesem Grund sind die Eigenspannungsfelder in der Nähe von Kanten besonders kompliziert. Auf die lateralen Eigenspannungskomponenten  $\sigma_{ij}$  ( $i, j=1, 2$ ) und ihre Ableitungen in z-Richtung  $\sigma_{ij,3}$  ( $i, j=1, 2$ ) haben die Randbedingungen jedoch keinen Einfluss. Sie unterliegen keinen Einschränkungen (mit Ausnahme von Kanten) und können auch in einphasigen Werkstoffen an der Oberfläche als Makrospannungen I. Art vorliegen.

## 2.4 Spannungsgradientenbestimmung

### 2.4.1 Einteilung der Methoden

Es gibt eine Vielzahl von zerstörungsfreien diffraktometrischen Verfahren, die die Bestimmung von Spannungs- bzw. Dehnungsgradienten senkrecht zur Oberfläche ermöglichen. Um einen Überblick zu gewinnen und die in dieser Arbeit vorgestellte neue Methode gegenüber existierenden Verfahren einzuordnen, ist zunächst eine Einteilung nach der Informationstiefe sinnvoll, Bild 2.11. Da die Informationstiefen prinzipiell von einer Reihe von Parametern wie Strahlungsart, Probe und Messparameter abhängen, orientiert sich die Darstellung an Stahl als Probenmaterial unter Berücksichtigung üblicher experimenteller Bedingungen.

Die Variation der Informationstiefe erfolgt in der klassischen Eigenspannungsanalyse durch Berücksichtigung der Strahlgeometrie auf die effektive Strahleindringtiefe  $\langle z \rangle$  (vgl. 2.25). Unter streifendem Einfall können so minimale Eindringtiefen von einigen zehn Nanometern erreicht werden. Die maximale Eindringtiefe wird durch die Targetmaterialien der verwendeten Röntgenröhren bestimmt. So wird, abhängig von Werkstoff und geometrischen Verhältnissen, ein Tiefenbereich bis zu einigen Mikrometern erfasst (z.B. [4, 39]).

Deutlich aufwendiger als die Labormessungen sind Experimente mit monochromatischer Synchrotronstrahlung. Die Vorteile bestehen in einem um mehrere Größenordnungen höheren Fluss, der kürzere Messzeiten ermöglicht, sowie einer Durchstimmbarkeit der Wellenlängen. Wendet man die im Labor üblichen Beugungsmethoden in Reflexionsanordnung an, werden bei Energien bis zu einigen 10 keV Tiefenbereiche von bis zu einigen zehn Mikrometern erfasst (z.B. [40]).

Höhere Energien sind im energiedispersiven Experiment nutzbar. Dabei wird das von den Photonenquellen (Undulatoren, Wiggler) bereitgestellte weiße Spektrum vollständig zur Beugung genutzt. Entsprechend höhere Eindringtiefen von bis zu wenigen  $100\mu\text{m}$  werden so möglich (z.B. [41–43]).

Bei Beugungsexperimenten in Reflexion ist die maximale Eindringtiefe durch Photonenenergie und Probenabsorption physikalisch begrenzt. Größere Tiefenbereiche erschließen sich bei Synchrotron- und Neutronenexperimenten in Transmissionsanordnung [7]. Ortsfeste Blendensysteme beschränken dabei den primären- und sekundären Strahlengang, die Probe wird relativ zu dem so definierten Messvolumen translatiert. Die sogenannten Ortsraumverfahren lassen sich in zwei Verfahren unterteilen. Die erste Gruppe bildet diejenigen Verfahren, bei denen das Volumenelement lediglich in die Werkstoffoberfläche eintaucht und unter Beachtung der komplizierten strahlgeometrischen Bedingungen Dehnungsverteilungen bestimmt werden („Through-Surface-Strain-Scanning“ [44]). Ist das Volumenelement voll-

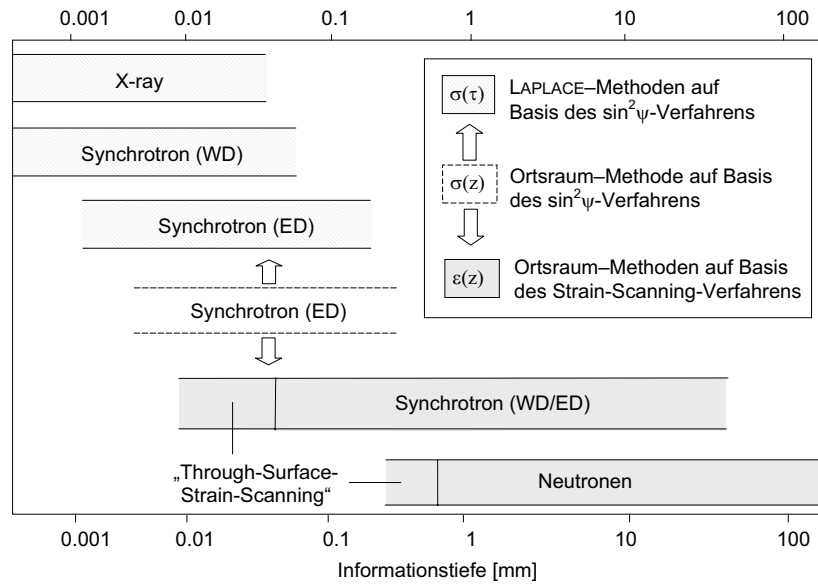


Bild 2.11: Einteilung zerstörungsfreier diffraktometrischer Methoden zur Eigenspannungsanalyse nach der Informationstiefe und Verfahrenszugehörigkeit sowie Einordnung der entwickelten Ortsraummethode zur direkten Bestimmung von  $\sigma(z)$

ständig in die Werkstoffoberfläche eingetaucht, können im Ortsraum prinzipiell von jedem Bereich durch entsprechende Probenpositionierung Beugungsinformationen erhalten werden („Strain-Scanning“ [45]). Die Beschränkung der erzielbaren Informationstiefe besteht bei gegebener Auflösung nur in der geringen Beugungsintensität bzw. den langen Messzeiten. Typische maximale Informationstiefen liegen bei Nutzung von hochenergetischer Synchrotronstrahlung bei einigen Millimetern in Stahl und bei Neutronenstrahlung bis zu einigen Zentimetern [7].

Die Einteilung nach der Informationstiefe berücksichtigt nicht die prinzipiellen Unterschiede in den Ergebnissen der *Laplace*- und Ortsraummethoden, auf die in den nächsten Kapiteln detailliert eingegangen werden soll. An dieser Stelle sei lediglich darauf hingewiesen, dass die *Laplace*-Methoden auf Basis des  $\sin^2\psi$ -Verfahrens zunächst einen Spannungstiefenverlauf  $\sigma(\tau)$  im *Laplace*-Raum liefern, während die Ortsraummethoden die Bestimmung eines Dehnungsverlaufs  $\epsilon(z)$  im Ortsraum erlauben (2.26). Die in dieser Arbeit entwickelte Methode soll die Charakteristika beider Verfahren aufgreifen, so dass die unmittelbare Bestimmung des Spannungsverlaufs  $\sigma(z)$  möglich wird. Ziel ist die Verzahnung der unterschiedlichen Verfahren.

### 2.4.2 Tiefenabhängigkeit röntgenographisch ermittelter Größen

Die Ursache für die Tiefenabhängigkeit röntgenographisch ermittelter Größen liegt in der Schwächung der Röntgenstrahlen beim Durchgang durch die Materie. Für vielkristalline Materialien, die eine isotrope Verteilung der Kristallite zeigen, gilt in guter Näherung das Beer'sche Gesetz

$$I(l) = I_0 e^{-\mu l} \quad (2.17)$$

Es beschreibt die Intensitätsabnahme der Strahlung während des Durchgangs durch die Materie.  $I_0$  ist die Intensität des Primärstrahls,  $l$  der von der Strahlung durch die Materie zurückgelegte Weg und  $\mu$  der energieabhängige Massenschwächungskoeffizient des untersuchten Materials. Im Fall von Einkristallen wird die Strahleindringtiefe häufig nicht durch die Absorption im Kristall, sondern durch die Extinktion bestimmt.

Trifft nun ein paralleles Strahlenbündel unter dem Winkel  $\alpha$  auf eine Probe und wird in der Subschicht  $dz$ , welche sich in einer Tiefe  $z$  befinden möge, unter dem Winkel  $2\theta = (\alpha + \beta)$  gebeugt Bild 2.12, so ist der Weg, den der Strahl durch die Probe zurückgelegt hat, durch

$$l = z \left( \frac{1}{\sin \alpha} + \frac{1}{\sin \beta} \right) \quad (2.18)$$

gegeben.

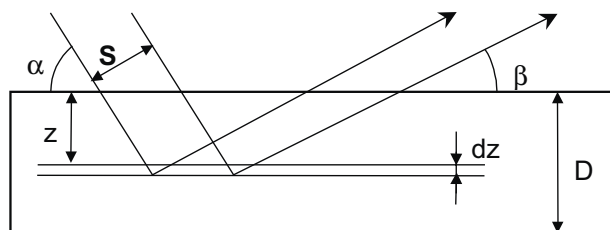


Bild 2.12: Geometrische Verhältnisse bei der Beugung an einer ebenen Probe zur Bestimmung der Intensitätsverhältnisse und Eindringtiefe

Hat der einfallende Strahl den Querschnitt  $S$ , so ist das in der Subschicht  $dz$  bestrahlte Volumen  $dV = S/\sin \alpha \, dz$ . Unter Verwendung von Gleichung 2.17 ergibt sich für die in der Subschicht  $dz$  reflektierte Intensität

$$dI(z) = \frac{I_0 S}{\sin \alpha} e^{-\mu l} dz \quad (2.19)$$

Durch die Integration der Gleichung erhält man für die gesamte reflektierte Intensität bis zur Tiefe  $z$

$$I(z) = \frac{I_0 S}{\mu} \left( \frac{\sin \beta}{\sin \alpha + \sin \beta} \right) \left( 1 - e^{-\mu z \left[ \frac{1}{\sin \alpha} + \frac{1}{\sin \beta} \right]} \right) \quad (2.20)$$

Für eine unendlich dicke Probe vereinfacht sich Gleichung 2.20 zu

$$I = \frac{I_0 S}{\mu} \left( \frac{\sin \beta}{\sin \alpha + \sin \beta} \right) \quad (2.21)$$

Als Eindringtiefe  $\tau$  der Strahlung definiert man im Allgemeinen denjenigen Abstand senkrecht zur Probenoberfläche, bei dem die Intensität des gebeugten Strahls auf  $1/e$  der Primärintensität abgefallen ist bzw. bei dem 63 % der Intensität des Gesamtbeitrages für die unendlich dicke Probe gebeugt wurde [46].

$$\tau = \frac{1}{\mu \left[ \frac{1}{\sin \alpha} + \frac{1}{\sin \beta} \right]} \quad (2.22)$$

Dieser Definition für die Eindringtiefe  $\tau$  haftet eine gewisse Willkür an, sie wird jedoch häufig in der Literatur benutzt [26]. Prinzipiell sind jedoch auch andere Definitionen für die Eindringtiefe  $\tau$  denkbar [47].

Jede Größe der RSA, die auf der Auswertung von Interferenzprofilen beruht, ergibt sich aus der Mittelung über alle zur Interferenz beitragenden Kristallite sowohl lateral als auch senkrecht zur Oberfläche. Die Anteile, die aus einer Tiefe  $z$  unter der Oberfläche kommen, müssen gemäß Gleichung 2.19 gewichtet gemittelt werden. Für den Mittelwert einer Messgröße ergibt sich demnach [6]:

$$\langle \epsilon(\tau) \rangle = \int_0^D \left( \frac{\int_A \epsilon(x, y, z) dA}{\int_A dA} \right) e^{-\frac{z}{\tau}} / \int_0^D e^{-\frac{z}{\tau}} dz \quad (2.23)$$

wobei  $A$  die laterale Ausdehnung der beleuchteten Fläche darstellt. Sie begrenzt die mögliche laterale Auflösung der Messung. Ist nun die Eindringtiefe  $\tau$  der Strahlung klein gegen die Dicke  $D$  der Probe, so kann man die obere Integrationsgrenze  $D$  in 2.23 durch unendlich ersetzen und erhält für die Messgröße  $\langle \epsilon(\tau) \rangle$  die Form einer *Laplace*-Transformation

$$\langle \epsilon(\tau) \rangle = \frac{\int_0^\infty (\epsilon(z)) e^{-\frac{z}{\tau}} dz}{\int_0^\infty e^{-\frac{z}{\tau}} dz} = \frac{1}{\tau} \int_0^\infty (\epsilon(z)) e^{-\frac{z}{\tau}} dz \quad (2.24)$$

wobei die Integration über die laterale Fläche bereits ausgeführt wurde. In der Konsequenz erfahren alle tiefenabhängigen Größen im Ortsraum, z.B.  $\sigma(z)$ , durch die Beugungsmethoden eine Glättung, die bei der Rücktransformation der Messsignale in den Ortsraum zu Schwierigkeiten führt [6] [48].

## 2.4.3 energiedispersive Beugungsmethoden

### Entwicklung energiedispersiver Beugungsmethoden

Die Entwicklung der energiedispersiv arbeitenden Beugungsmethoden begann erst gegen Ende der 60er Jahre. Die ersten Versuche, energiedispersiv arbeitende Detektoren in Kombination mit weißer Strahlung für die Bestimmung von Netzebenenabständen zu verwenden, sind in [49] beschrieben. Doch obwohl der Aufbau solcher Systeme einfach und kompakt war, konnten sie sich zunächst nicht durchsetzen, da die Auflösung der Detektorsysteme für eine genaue Bestimmung der Netzebenenabstände zu gering war. Daher hielten die energiedispersiven Beugungsmethoden zunächst in den Bereichen Einzug, in denen die winkeldispersiven bzw. wellenlängendispersiven Methoden nicht angewandt werden konnten. Hier ist vor allem die Rasterelektronenmikroskopie REM zu nennen, für die die wellenlängendispersiven Methoden sowohl aufgrund des Platzmangels im Rezipienten als auch wegen der durch die Messanordnung bedingten geringen Intensität nicht in Frage kamen [50]. Waren zunächst nur qualitative Analysen möglich (Elementbestimmungen), so führte der Einsatz energiedispersiver Methoden in der Rasterelektronenmikroskopie zu einer raschen Entwicklung der Festkörperdetektoren. Das Auflösungsvermögen der Detektoren wurde innerhalb weniger Jahre mehrmals verdoppelt auf nun ca. 150 eV bei 5.8 keV.

Doch auch in den Bereichen, in denen Öfen und Druckmesszellen zum Einsatz kamen, hielt die energiedispersive Beugung in Verbindung mit Synchrotronstrahlung Einzug, da wegen der einfachen Messanordnung mit festem Beugungswinkel nur zwei Fenster an den entsprechenden Anlagen benötigt wurden [51]. Nach und nach wurde sie auch für schnelle Strukturbestimmungen und Pulverdiffraktometrie eingesetzt [52].

Eine hochauflösende Methode mittels energiedispersiver Beugungsverfahren ist in [53] beschrieben. Der weiße Strahl wird mit Hilfe eines Channel Cut Monochromators monochromatisiert und durchgestimmt, wodurch die Auflösung nicht mehr durch die Energieauflösung des stationären Festkörperdetektors bestimmt ist. Das Verfahren ist jedoch zeitaufwändig, da die Reflexe nicht mehr simultan aufgenommen werden. Dieses Verfahren wird auch häufig in der Fluoreszenz-Spektroskopie verwendet.

Heutzutage werden die energiedispersiven Beugungsverfahren in einer Vielzahl unterschiedlicher Experimente genutzt. Bei in-situ Experimenten wird unter anderem das Schichtwachstum kontrolliert und das Kriechverhalten unter Last untersucht. Aber es werden auch Linienprofilanalysen durchgeführt und das plastische Verformungsverhalten in Hochdruckzellen untersucht. Das Hauptanwendungsgebiet liegt jedoch weiterhin im Bereich der REM- und der TEM-Analyse. Hier konnten sich die energiedispersiven Beugungsverfahren am besten durchsetzen. Doch auch in der Eigenspannungsanalyse im Volumen haben sich die energiedispersiven Beugungsmethoden bewährt.

### **Energiedisperive Verfahren zur Eigenspannungsgradientenanalyse**

Über erste Bestimmungen von Eigendehnungen bzw. Eigenspannungen mittels energiedispersiver Beugungsmethoden wurde in [54] berichtet. In [54] wird das Auftreten des im Silizium-Einkristall verbotenen Reflexes (006) untersucht, der erst auftritt, wenn innere Spannungen vorliegen bzw. von außen eine Last aufgebracht wird, da sich die Strukturfaktoren hierdurch ändern. Über die Intensitäten des verbotenen Reflexes unter verschiedenen Lasten kann somit auf die innere Verschiebung geschlossen werden. Im selben Jahr wird auch über erste Dehnungsmessungen mittels energiedispersiver Beugungsmethoden berichtet, bei denen analog zur klassischen RSA die Verschiebung der Netzebenenabstände durch innere Spannungen registriert wurde [54]. Die Messungen wurden mit hochenergetischer Röntgenstrahlung bis 250 keV einer Wolfram-Röntgenröhre durchgeführt und können als Vorläufer der Ortsraum-Methoden angesehen werden. Die ersten energiedispersiven Untersuchungen in Reflexionsgeometrie auf Basis der *Laplace*-Methoden sind in [40] beschrieben, obwohl in [54] bereits auf den einfachen Aufbau solcher Messanordnungen hingewiesen wurde.

Bei der Spannungsgradientenanalyse im Volumen sind die energiedispersiv arbeitenden Methoden mittlerweile als fester Bestandteil der Materialforschung etabliert [5]. Das Hauptproblem, das hier ebenso wie bei den Neutronenverfahren im Volumen besteht, ist die Bestimmung des dehnungsfreien Netzebenenabstands  $d_0(hkl)$ , dessen Kenntnis für die Bestimmung eines dreiachsigen Eigenspannungszustands notwendig ist.



Im Gegensatz zu den Volumenmethoden ist die Bestimmung von Eigenspannungsgradienten im intermediären Bereich, wo der Übergang vom zweiachsigen Oberflächenzustand zum dreiachsigen Volumeneigenspannungszustand stattfindet, wenig untersucht.

Die ersten „Through Surface Strain Scanning“ Experimente, die auf den energiedispersiven Messmethoden beruhen, wurden in [55] vorgestellt. Es ermöglicht aber ebenso wie die winkeldispersiven Verfahren bisher nur eine Bestimmung der Dehnungsverteilung. Zweiachsige und dreiachsige Spannungsverteilungen im intermediären Bereich sind bisher nicht möglich, weil sich durch das nicht vollständig in die Probe eingetauchte Messvolumenelement eine Bestimmung der Gewichtungsfunktion  $g(x,y,z)$  in verschiedenen Messrichtungen sehr kompliziert gestaltet.

Die wenigen Arbeiten, die sich mit der energiedispersiven Ermittlung von Eigenspannungsgradienten im intermediären Bereich auf Basis der *Laplace*-Methoden beschäftigen [41, 51], berücksichtigen nicht den Übergang vom zweiachsigen zum dreiachsigen Spannungszustand. Sie gehen auch in größeren Tiefen von einem rein zweiachsigen Eigenspannungszustand aus. Dies ist aber bei den energiedispersiv, mit mittel- und hochenergetischer Strahlung arbeitenden Verfahren im Allgemeinen nicht zulässig, weil in den Tiefen, die durch diese Strahlung erschlossen werden, dreiachsige Eigenspannungszustände vorliegen können, deren Nichtberücksichtigung starke Verschiebungen der in-plane Komponenten hervorrufen können. Vor allem hier müssen die bestehenden Verfahren weiterentwickelt und ihre Anwendbarkeit unter Beweis gestellt werden.

### 2.4.4 Ortsraum-Methoden

#### Through Surface Strain Scanning

Die klassischen Ortsraum-Methoden legen mittels begrenzender Blenden im Primär- und Sekundärstrahl das Volumenelement fest, dem das gemessene Signal zugeordnet werden kann. Daher bieten sie sich vor allem zur Bestimmung von Spannungen bzw. Spannungsgradienten im Volumen an. Wird die Probenoberfläche jedoch schrittweise in das laborfeste Messvolumenelement eingetaucht (Through Surface Strain Scanning [56–58] (Abb. 2.13)), muss die Gewichtungsfunktion  $g(x,y,z)$ , die sich mit jedem Eintauchschritt sowie mit jeder Variation der Messrichtung ( $\varphi\psi$ ) ändert, neu bestimmt werden [6]. Hinzu kommen Probleme durch die Abschattung der Strahlung in der Probe selbst und im Falle der Untersuchung mit Neutronen eine wellenlängenbedingte Reflexverschiebung durch den Monochromator.

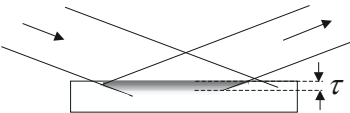
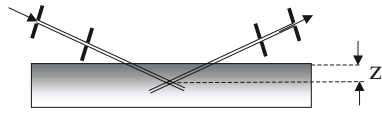
	Laplace - Methoden	Ortsraum - Methoden
		
Gemittelte Messtiefe	$\tau = \frac{1}{\mu k}$	$\langle z \rangle = \frac{\iiint_{V_g} z g(x, y, z) dx dy dz}{\iiint_{V_g} g(x, y, z) dx dy dz}$
Informationsprofil	$g(\tau) = \frac{1}{\tau} L \left[ g(z); \frac{1}{\tau} \right]$	$\langle g(x, y, z) \rangle_{\text{bestrahtetes Volumen}}$

Bild 2.13: Einteilung der diffraktometrischen Verfahren zur Eigenspannungsanalyse

### Eigenschaften der Ortsraummethoden zur Bestimmung langreichweitiger Eigenspannungsgradienten $\sigma(z)$

Die diffraktometrische, zerstörungsfreie Bestimmung von Spannungsverteilungen im Ortsraum erfordert eine definierte räumliche Beschränkung des zum Beugungssignal beitragenden Streuvolumens. Der primäre Strahlengang wird dazu mittels laborfester (ortsfester) Blenden begrenzt oder mittels Linsen fokussiert; sekundärseitig erfolgt die Begrenzung mittels ortsfester Blendensysteme. Ausschließlich der Bereich der Überschneidung beider Strahlengänge trägt zum Beugungssignal bei und wird als Volumenelement (VE) bezeichnet (vgl. Abb. 2.13). Translatiert man die Probe relativ zum ortsfesten VE, lassen sich Beugungsinformationen in Abhängigkeit vom Probenort erhalten. Eindringtiefen, die einem Mehrfachen der VE-Ausdehnung entsprechen, die durch die Forderung nach ausreichender Kornstatistik eine (materialunabhängige) Mindestgröße nicht unterschreiten darf, werden durch hochenergetische Neutronen- und Synchrotronstrahlung ermöglicht, die ein hohes Durchdringungsvermögen aufweisen.

Allerdings müssen bei den Neutronenverfahren aufgrund der geringen Wechselwirkung von Neutronen mit Materie und dem im Vergleich zu Synchrotronquellen geringen Fluss große VE von mindestens  $0,5 \text{ mm}^3$  verwendet werden [7]. Dadurch kann kein Überlappungsbereich zu den Laplace-Verfahren, die Synchrotronstrahlung bzw. Röntgenstrahlung nutzen, herge-

stellt werden (vgl. Abbildung 2.11). Im Weiteren wird daher auf eine detaillierte Betrachtung der Neutronenverfahren verzichtet.

Die in den Experimenten der Arbeit von Herrn Denks [59] genutzte Synchrotronstrahlung hingegen weist eine Reihe von positiven Eigenschaften auf, denn sie besitzt [60–62]:

- a) einen um viele Größenordnungen höheren Photonenfluss als herkömmliche Strahlungsquellen
- b) einen breiten Spektralbereich,
- c) eine hohe Brillianz (Anzahl der Photonen, die pro Flächeneinheit der Quelle und Sekunde in einen Einheitsraumwinkel  $d\Omega$  emittiert werden),
- d) eine geringe Vertikaldivergenz  $\delta_v \propto 1/\gamma$  mit  $\gamma = E/E_0$  ( $E$  = Teilchenenergie,  $E_0$  = Ruheenergie),
- e) sowie eine geringe Horizontaldivergenz  $\delta_h$ , bedingt durch den großen Abstand von Quelle zum Experiment.

Bei den Ortsraumverfahren wird sowohl der durch einen Monochromator diskret einstellbare Wellenlängenbereich genutzt (winkeldispersive Variante), als auch der weiße Strahl mit einer der Synchrotronquelle typischen Photonenverteilung direkt verwendet (energiedispersive Variante). In beiden Fällen finden Photonen hoher Energien im Bereich von einigen zehn bis einigen hundert keV Verwendung, um eine hohe Eindringtiefe zu erreichen ( $>1$  cm in Stahl,  $> 10$  cm in Al). Die Zählzeiten sind im Allgemeinen um Größenordnungen geringer als bei Neutronenexperimenten und liegen üblicherweise im Bereich von Sekunden [7]. Oft ist nicht der von der Quelle bereitgestellte Photonenfluss der zeitbestimmende Faktor, sondern die Totzeit des Detektors, das heißt, dessen Vermögen, eintreffende Photonen in einer bestimmten Zeit elektronisch verarbeiten zu können.

Gemäß Gleichung 2.10 sind hohe Energien prinzipiell mit entsprechend geringen Beugungswinkeln ( $2\theta \approx 4 - 20^\circ$ ) verbunden, so dass das Volumenelement eine langgestreckte rautenförmige Querschnittsfläche aufweist. Das Verhältnis von Länge  $\omega_{VE}$  zu Höhe  $h_{VE}$  des VE ist unter symmetrischen Bedingungen ( $\theta = \omega$ , Blendenweite des Primärstrahls = Blendenweite des Sekundärstrahls) durch  $\omega_{VE}/h_{VE} = 1/\tan\theta$  gegeben (Abb. 2.14a). Bei üblichen  $2\theta$  von 2 bis  $10^\circ$  ist  $\omega_{VE}/h_{VE} \approx 10 - 60$ , das heißt die Ortsauflösung hängt in direkter Weise mit der Lage der Probe relativ zur Messrichtung  $N_{hkl}$  zusammen (Abb. 2.14b und c).

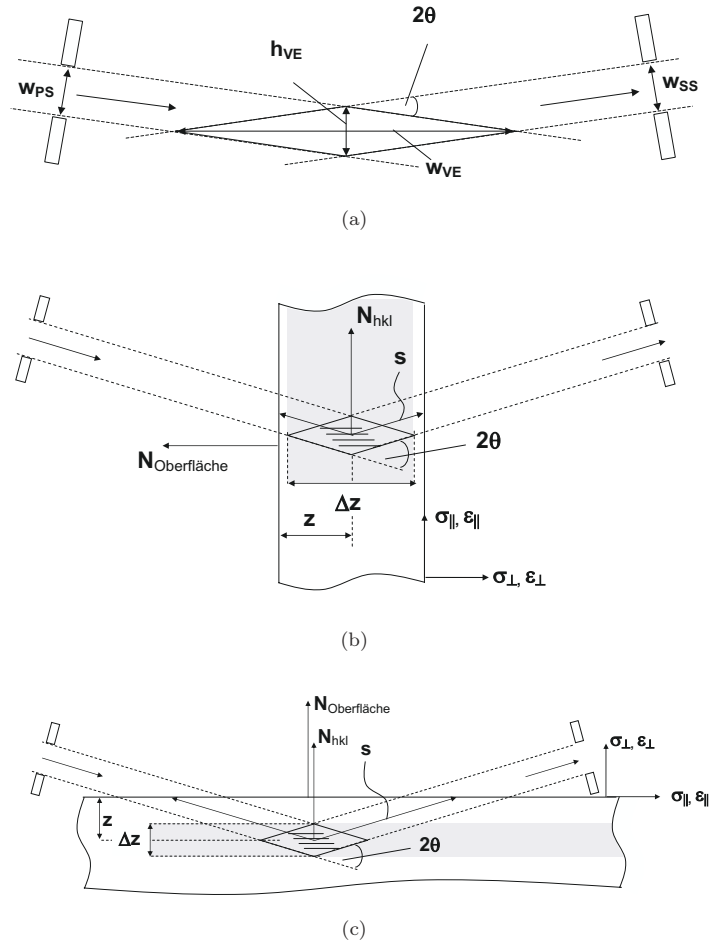


Bild 2.14: Geometrische Beschreibung des VE (a) und Zusammenhang von Ortsauflösung und Messrichtung (b und c). Der effektive Strahlweg  $s$  ist bei gleichem Abstand von der Oberfläche  $z$  in Transmission (b) deutlich geringer als in Reflexion (c)

Eine Unterscheidung in Transmissions- und Reflexionsanordnung erscheint an dieser Stelle zweckmäßig, da das im Rahmen dieser Arbeit entwickelte Verfahren überwiegend in Reflexionsanordnung zur Anwendung kommen soll, während die üblicherweise verwendeten Verfahren in Transmission angewendet werden.

In der Transmissionsanordnung (Abbildung 2.14b) durchdringt der Strahl die gesamte Probe. Das Verhältniss von tatsächlichem Strahlweg  $s$  zur Messtiefe  $z$  ist maximal

$$s/z = 2/\cos\theta$$

Taucht der primäre Strahl im selben spitzen Winkel  $\theta$  in die Probe ein, unter dem der gebeugte Strahl sie auch wieder verlässt (Reflexionsanordnung, Abbildung 2.14c), ist das Verhältnis von effektivem Strahlweg zur Messtiefe durch

$$s/z = 2/\sin\theta$$

gegeben und so für kleine  $2\theta$  deutlich ungünstiger als im Falle der Transmission.

Als Beispiel sei die Interferenz  $Fe_\alpha - 110$  ( $d_0 = 0,203nm$ ) aufgeführt, die bei einer monochromatischen Strahlung der Energie von 50 keV unter einem Winkel  $2\theta$  von  $\approx 7^\circ$  auftritt. In Transmission ist die durchstrahlbare Dicke 33 mal so groß wie in der Reflexionsanordnung. Legt man die *Laplace'sche* Eindringtiefe  $\tau(\psi = 0)$  gemäß Gl. 2.27 zugrunde, steht eine Informationstiefe in Reflexion von  $\approx 0,02mm$  einer Messtiefe in Transmission von  $\approx 0,6mm$  gegenüber.

### Abtragsmethode

Ein Gradientenverfahren, das den Ortsraum-Methoden zugerechnet werden kann, ist die Möglichkeit der  $\sin^2\psi$ -Messung nach sukzessivem Abtrag der Oberfläche. Die unter Verwendung des  $\sin^2\psi$ -Verfahrens ermittelten Eigenspannungen werden dabei an der jeweiligen „Oberfläche“ bestimmt und der entsprechenden Abtragstiefe zugeordnet. Da sich jedoch durch die Abtragsschritte Eigenspannungen aus dem verbleibenden Material lösen, müssen die ermittelten zweiachsigen Spannungstiefenprofile korrigiert werden [63]. Unter der Annahme, dass an der jeweiligen Oberfläche ein zweiachsiger Spannungszustand vorliegt, der sich innerhalb der Strahleindringtiefe nicht bzw. nur gering ändert, lassen sich bei geeigneter Wahl der Abtragsschritte  $\Delta z$  mit dieser Methode auch Gradienten des dehnungsfreien Netzebenenabstands  $d_0(hkl, z)$  vom Eigenspannungsgradienten trennen [64, 65]. Solche  $d_0(hkl, z)$ -Gradienten können z.B. durch Aufkohlung der Randschichten beim Einsatzhärten von Stählen entstehen [66]. Sie sind von den existierenden zerstörungsfreien Eigenspannungsanalysemethoden nicht zu bestimmen, weil sie sich derzeit nicht von einem möglichen Eigenspannungsgradienten der Normalkomponente  $\sigma_{33}(z)$  trennen lassen.

### 2.4.5 Laplace-Methoden zur Bestimmung randschichtnaher Eigenspannungsgradienten $\sigma(\tau)$

Unter „randschichtnahem“ Bereich soll im Folgenden derjenige Werkstoffbereich verstanden werden, der mittels Röntgenbeugung in Reflexionsanordnung erfasst wird und sich - unter Berücksichtigung der Eindringtiefe hochenergetischer Synchrotronstrahlung - von der Oberfläche bis in eine Tiefe von einigen hundert Mikrometern erstreckt. So wird auch der Tiefenbereich mit eingeschlossen, der in der Literatur bisweilen als „intermediär“ [42, 67]

bezeichnet wird. Aus technologischer Sicht ist es der Bereich, in dem vorwiegend Bearbeitungseigenstressungen und Beschichtungseigenstressungen vorliegen können.

Bei der Analyse von Gradienten werden die Spannungskomponenten tiefenauflöst ermittelt. Unter Berücksichtigung der Variation der Eindringtiefe mit den strahlgeometrischen Bedingungen nach 2.19 lässt sich die Grundgleichung der RSA (2.11) erweitern:

$$\begin{aligned} \epsilon_{\phi\psi}(hkl, \tau) = & \frac{1}{2} s_2(hkl) [(\sigma_{11}(\tau) \cos^2 \varphi + \sigma_{22}(\tau) \sin^2 \varphi + \sigma_{12}(\tau) \sin 2\varphi) \sin^2 \psi \\ & + (\sigma_{13}(\tau) \cos \varphi + \sigma_{23}(\tau) \sin \varphi) \sin 2\varphi + \sigma_{33}(\tau) \cos^2 \psi] \\ & + s_1(hkl) (\sigma_{11}(\tau) + \sigma_{22}(\tau) + \sigma_{33}(\tau)) \end{aligned} \quad (2.25)$$

Die ermittelten Dehnungen  $\sigma(hkl, \tau)$  bzw. Spannungen  $\epsilon(\tau)$  stehen mit den Ortsraumverteilungen gemäß Gleichung 2.23 in Beziehung; es ist

$$\epsilon_{\phi\psi}(hkl, \tau) = \frac{1}{\tau} \mathcal{L} \left[ \epsilon_{\phi\psi}(hkl, z); \frac{1}{\tau} \right] \quad \text{bzw.} \quad \sigma_{ij}(\tau) = \frac{1}{\tau} \mathcal{L} \left[ \sigma_{ij}(z); \frac{1}{\tau} \right] \quad (2.26)$$

Eine Änderung der Messrichtung  $(\varphi, \psi)$  ist mit einer Variation der Eindringtiefe verbunden. Die in Gleichung 2.21 aufgestellte Beziehung von Strahlgeometrie und Eindringtiefe nimmt unter Verwendung der entsprechenden Winkelbeziehungen die Form [68]

$$\tau = \frac{\sin^2 \theta - \sin^2 \psi + \cos^2 \theta \sin^2 \psi \sin^2 \eta}{2\mu(E) \sin \theta \cos \psi} \quad (2.27)$$

an, wobei der Winkel  $\eta$  die Drehung der Probe um den Streuvektor bei einer gegebenen Messrichtung  $(\varphi, \psi)$  beschreibt. Die Eindringtiefe hängt demnach von einer Reihe von Parametern ab, die in 2.1 aufgelistet sind. So können neben der kontinuierlichen Variation der Eindringtiefe durch Probenkipfung  $\psi$  und -drehung  $\eta$  im winkeldispersiven Fall unterschiedliche Wellenlängen zur diskontinuierlichen Variation beitragen. Im Falle der energiedispersiven Beugung ist mit der Variation des Beugungswinkels  $\theta$  nach Gl. 2.11 eine Änderung der Energielagen der Interferenzen und folglich des Eindringungsvermögens der Strahlung verbunden. Die Berücksichtigung mehrerer Interferenzen (hkl) bietet dabei zusätzliche Tiefeninformationen. In beiden Fällen wird durch den Streuwinkel  $\theta$  (bzw.  $\theta^*$ ) die Eindringtiefe aus geometrischen Gründen beeinflusst (Gl. 2.27).

Bei der Mehrwellenlängenmethode [69] werden ungeachtet eventuell auftretender Nichtlinearitäten zunächst die oberflächenparallelen Spannungskomponenten  $\sigma_{ij}(hkl)$  ( $i, j = 1, 2$ ) nach dem  $\sin^2 \psi$ -Verfahren (Kap. 2.3.3) ermittelt und dann entsprechend der eingesetzten

	experimentell festgelegte Parameter	physikalisch vorgegebene Parameter
methodenunabhängig	$\psi, \eta$	$\mu(E)$
winkeldispersiv	$\lambda(E)$	$\theta(hkl, \lambda)$
energiedispersiv	$\theta$	$E(hkl, \theta)$

 Tab. 2.1: Parameter der Eindringtiefe  $\tau$  in Abhängigkeit der angewandten

Strahlungsquellen und vermessenen Interferenzen einer mittleren Eindringtiefe  $t$  bei  $\sin^2\psi = 0,5$  zugeordnet. Über eine Übertragung der Mehrwellenlängenmethode auf den energiedispersiven Fall der Beugung wird erstmals in [69] berichtet. Dabei wird ausgenutzt, dass die einzelnen Interferenzen  $E(hkl)$  im Spektrum unterschiedlichen mittleren Informationstiefen zuzuordnen sind, für die die Autoren die Größe  $\langle\tau\rangle = 1/2(t_{\psi_{min}} + t_{\psi_{max}})$  einführen.

Der Nachteil der Methode besteht darin, dass bei stark gekrümmten Dehnungsverläufen nur eine näherungsweise Auswertung der einzelnen Spannungswerte nach dem  $\sin^2\psi$ -Verfahren möglich ist. Hinzu kommt, dass die Festlegung der Eindringtiefe willkürlich ist und von dem gewählten Messbereich abhängt, so dass der Spannungsverlauf im *Laplace*-raum nur in grober Näherung beschrieben werden kann. Zudem erfordert die Methode im winkeldispersiven Fall einen erhöhten Justageaufwand, der sich durch das Wechseln des Targetmaterials ergibt.

Bei Nutzung des Universalplotverfahrens [40] kommt es zu einer detaillierteren Abbildung des Tiefenverlaufs der Oberflächenparallelen Spannung  $\sigma_{ij}(\tau)$  ( $i = 1, 2$ ). Dabei wird von der Annahme  $\epsilon_{33} = 0$  ausgegangen, während sich die Scherkomponenten  $\sigma_{i3}$  ( $i = 1, 2$ ) in den Auswerteformalismus einbeziehen lassen. Aus Gleichung 2.25 lassen sich dann die folgenden Größen berechnen:

$$\begin{aligned} f^+(\tau) &= 1/4[\sigma_0(\tau) + \sigma_{90}(\tau) + \sigma_{180}(\tau) + \sigma_{270}(\tau)]1/2s_2 \sin^2 + 2s_1 = 1/2[\epsilon_{11}(\tau) + \epsilon_{22}(\tau)] \\ f^-(\tau) &= 1/4\{[\sigma_0(\tau) + \sigma_{180}(\tau)] - [\sigma_{90}(\tau) + \sigma_{270}(\tau)]\}1/2s_2 \sin^2 = 1/2[\epsilon_{11}(\tau) - \epsilon_{22}(\tau)] \end{aligned} \quad (2.28)$$

$$\begin{aligned} f_{13}(\tau) &= \frac{1/2[\sigma_0(\tau) - \sigma_{180}(\tau)]}{1/2s_2 \sin|2\psi|} = \epsilon_{13}(\tau) \\ f_{23}(\tau) &= \frac{1/2[\sigma_{90}(\tau) - \sigma_{270}(\tau)]}{1/2s_2 \sin|2\psi|} = \epsilon_{23}(\tau) \end{aligned} \quad (2.29)$$

Daraus erhält man für die Tiefenverteilungen der Spannungskomponenten

$$\begin{aligned}
 \epsilon_{11}(\tau) &= f^+(\tau) + f^-(\tau), \\
 \epsilon_{22}(\tau) &= f^+(\tau) - f^-(\tau), \\
 \epsilon_{13}(\tau) &= f_{13}(\tau), \\
 \epsilon_{23}(\tau) &= f_{23}(\tau)
 \end{aligned} \tag{2.30}$$

Die aufgestellten Gleichungen erlauben das Auftragen der Spannungskomponenten  $\sigma_{ij}(\tau)$  unabhängig von den experimentellen Bedingungen (Interferenz, Strahlung, geometrische Anordnung) in einem einzigen „Universalplot“. Es ist zu beachten, dass die Spannungskomponenten  $\sigma_{11}$  und  $\sigma_{22}$  in der Nähe der dehnungsfreien Richtung  $\psi^*$  hohe Streuungen aufweisen. Das lässt sich darauf zurückführen, dass der Nenner von  $f^+(\tau)$  in Gl. 2.28 gemäß Gl. 2.25 sehr kleine Werte annimmt. Gleiches gilt für große Eindringtiefen ( $\psi \rightarrow 0$ ) und  $\sigma_{11} \neq \sigma_{22}$ . In diesem Falle kommt es zu Singularitäten im  $f^-(\tau)$ -Term für  $\psi = 0$ .

Beim Streuvektorverfahren [42, 68, 70] wird die Variation der Eindringtiefe unter konstantem Neigungswinkel  $\psi$  und Azimuth  $\varphi$  durch sukzessive Drehung um den Streuvektor  $\eta$  gemäß Gleichung 2.27 erreicht. Durch Messung in weiteren Orientierungen des Streuvektors ( $\varphi, \psi$ ) lässt sich der dehnungsfreie Gitterparameter  $d_0$  in einer Optimierungsroutine bestimmen. Weiterhin lässt sich die Spannungskomponente  $\sigma_{33}$  in einer iterativen Berechnung selbstkonsistent berechnen. Zugrunde liegt die Bestimmung des Dehnungsprofils  $d_{\psi^*}^+$  in der dehnungsfreien Richtung des zweiachsigen Spannungszustandes und der Ansatz [42]

$$\sigma_{33}(\tau) = \frac{d_{\psi^*}^+(hkl, \tau) - d_0(hkl)}{d_0(hkl)[1/2s_2(hkl) + 3s_1(hkl)]} \tag{2.31}$$

Da die Orientierung des Streuvektors während der Messung konstant bleibt, eignet sich diese Methode in der Praxis insbesondere bei stark texturierten Proben und dünnen Schichten.

### 2.4.6 Möglichkeiten zur Übertragung der *Laplace-Verteilungen* $\sigma(\tau)$ in den Ortsraum

Die mit Hilfe der Universalplotauftragung in diskreten Stützstellen  $\tau_k$  erhaltenen Eigenspannungstiefenverteilungen  $\sigma_{ij}(\tau_k)$  weisen aufgrund der experimentell bedingten Messunsicherheiten oftmals starke Streuungen auf. Da das Signal im *Laplace*-Raum jedoch definitionsgemäß die exponentiell gedämpfte und damit geglättete Information der Ortsraumverteilung  $\sigma_{ij}(z)$  darstellt, erweist sich die numerische Rücktransformation als schwierig. So gehen die meisten Verfahren der inversen numerischen *Laplace*-Transformation (INLT) von glatten Bildraumverteilungen aus und versagen immer dann, wenn die entsprechenden Verteilungen verrauscht sind [71].



In [72] wird beispielsweise die Ausgangsfunktion  $\sigma(z)$  durch eine Summe von Dreiecksfunktionen approximiert und anschließend in den  $\tau$ -Raum überführt, wo sie an den berechneten Verlauf angepasst wird. Aus der Rücktransformation ergeben sich die Datenpunkte im Ortsraum, die bei Verrauschung von  $\sigma(\tau)$  ausgeprägte Oszillationen aufweisen. In einer Weiterführung in [72–74] wird daher neben der Verwendung linearer Splines zur Approximation der Messkurve ein Dämpfungsfaktor  $\lambda$  eingeführt. Die Unsicherheit des Verfahrens liegt in der empirischen Festlegung von  $\lambda$  in einem „trial-and-error“-Prozess. Wird ein zu kleiner Wert festgelegt, kommt es zu Überschwingungen; bei einem zu hohen Wert nähert sich das  $z$ -Profil der Form einer Geraden.

Die Folgen einer beschränkten Belegung der  $\sigma(\tau)$ -Tiefenverteilung mit Datenpunkten zeigen sich bei einem etwas anderen Ansatz in [66], bei dem die Ortsraumfunktion durch eine Reihe von orthogonalen Polynomen approximiert wird [75–77]. So lässt sich die vorgegebene Ortsraumfunktion nur dann korrekt wiedergeben, wenn charakteristische Bereiche, in denen besonders starke Änderungen (d. h. Gradienten) vorliegen, mit hinreichend vielen Datenpunkten belegt sind. Da diese Bereiche bei einer Messung unbekannt sind, erfährt die praktische Anwendbarkeit an dieser Stelle bereits eine Einschränkung.

Praktikabler ist daher ein analytischer Ansatz. Als Ausgangspunkt wird eine Beschreibung der Ortsraumverläufe  $\sigma_{ij}(z)$  durch einfache Funktionen wie Polynome [56, 57], gedämpfte Polynome höherer Ordnung [40, 58]) oder komplexere Funktionen mit Unstetigkeiten und trigonometrischen Anteilen [57] vorgenommen. Die *Laplace*-Transformierten werden den Messpunkten mittels Fehlerquadratmethode angepasst und anschließend die Verläufe durch Rücktransformation in den Ortsraum überführt.

Die Ortsraumfunktionen  $\sigma(z)$  können - trotz guter Anpassung der Datenpunkte im *Laplace*-Raum durch verschiedene Funktionen - deutlich unterschiedliche Verläufe aufweisen. So zeigen die mit Polynomen unterschiedlichen Grades erhaltenen  $\sigma(z)$ -Verläufe bis zu einer Tiefe von  $z \approx 5\mu m$  einen ähnlichen Verlauf. In größeren Tiefen kommt es jedoch infolge eines „Aufschwingens“ der Funktionen zu physikalisch unsinnigen Verteilungen.

Eine Alternative bietet das Polynomverfahren [69, 78–80] durch Anpassung geeigneter Funktionen an die  $2\theta_{\varphi\psi} - \sin^2\psi$ -Verteilungen. Die Berechnung der Ortsraumverläufe  $\sigma(z)$  erfolgt aus den Koeffizienten der Anpassungsfunktionen. Das Verfahren beruht auf der Abhängigkeit von  $\tau$  vom Abzissenparameter  $\sin^2\psi$ . Damit sind im Falle zweiachsiger Spannungszustände die Dehnungen  $\epsilon_{\phi,\psi}$ , in Gleichung 2.27 eine Funktion von  $\sin^2\psi$  gemäß

$$\epsilon_{\phi,\psi}(\tau) = \epsilon_{\phi,\psi}(\tau[\sin^2\psi])$$

Eine Entscheidung, welches Polynom den Ortsraumverlauf am geeignetsten wiedergibt, erfolgt, indem mehrerer Anpassungen mit sukzessiv steigenden Polynomgraden  $n$  vorgenommen werden. Ergeben mehrere Polynome mit aufeinanderfolgenden Graden einen vergleichbaren Spannungsverlauf, wird die Lösung als stabil angesehen. Der Tiefenbereich, für den die Polynome verlässliche Ergebnisse liefern, ist allerdings wiederum auf den oberflächennahen Bereich beschränkt.

Eine Weiterführung stellt das Abschnitt-Polynom-Verfahren [81] dar, in dem die abschnittsweise Beschreibung der Eigenspannungstiefenverteilungen durch Polynome niedrigen Grades (Splines) vorgenommen wird. Ziel ist neben der erhöhten Flexibilität in der Anpassung eine verbesserte Lösungsstabilität.

Vergleicht man die mittels Universalplot-Auftragung und (Abschnitt-)Polynom-Verfahren erzielbaren Lösungen  $\sigma_{ij}(z)$  ( $i = 1,2$ ) miteinander, so ist festzuhalten, dass beide Verfahren mit Unsicherheiten behaftet sind, die aus numerischen Instabilitäten resultieren. Beim (Abschnitt-)Polynom-Verfahren ist ferner anzumerken, dass die Ortsraumverläufe  $\sigma(z)$  in einem Schritt aus der Anpassungsfunktion gegen  $\sin^2\psi$  erhalten werden und ein wichtiger Schritt quasi „übersprungen“ wird (nämlich  $d - \sin^2\psi \rightarrow \sigma(z)$  anstatt  $d - \sin^2\psi \rightarrow \sigma(\tau) \rightarrow \sigma(z)$ ), so dass eine Beurteilung der Anpassung aufgrund des mangelnden anschaulichen Zusammenhangs schwierig ist.

### 2.4.7 Strain-Scanning-Verfahren

Die für die Verfahren geprägte Bezeichnung „strain scanning“ trägt dem Umstand Rechnung, dass in den meisten Fällen keine Bestimmung der Spannungskomponenten erfolgt, sondern lediglich die Dehnungsverteilungen als Funktion des Probenortes angegeben werden. Dazu werden in [7] mehrere Gründe genannt. Zum einen ist eine Bestimmung von sechs unabhängigen Richtungen aufgrund des hohen Zeitaufwandes oftmals nicht möglich, zum anderen aber auch aus experimentellen Gründen nur eingeschränkt realisierbar, da sowohl die Zugänglichkeit des Probenortes als auch die Ortsauflösung von der Messrichtung abhängen. Da unterschiedliche Messrichtungen stets mit veränderten Orientierungen des VE bzgl. des Probensystems einhergehen, wird im Falle komplizierter VE-Geometrien (z. B. langgestreckte Raute) effektiv ein wesentlich größeres Messvolumen in Form einer „Korona“ um einen gewissen Kernbereich herum erfasst (Abb. 2.15).

Die Reduzierung der Anzahl von Messrichtungen erfolgt unter Berücksichtigung der Bauteilstruktur, -form und -vorgeschichte. So wird bei Messungen an Schicht- und Faserverbunden (z. B. in [7]) sowie Schweißnähten (z. B. in [44]) in der Regel von der Annahme ausgegangen, dass das Probensystem mit dem Hauptachsensystem der Spannungen übereinstimmt. Bei der Bestimmung von Eigenspannungen im oberflächennahen Bereich wird parallel zur

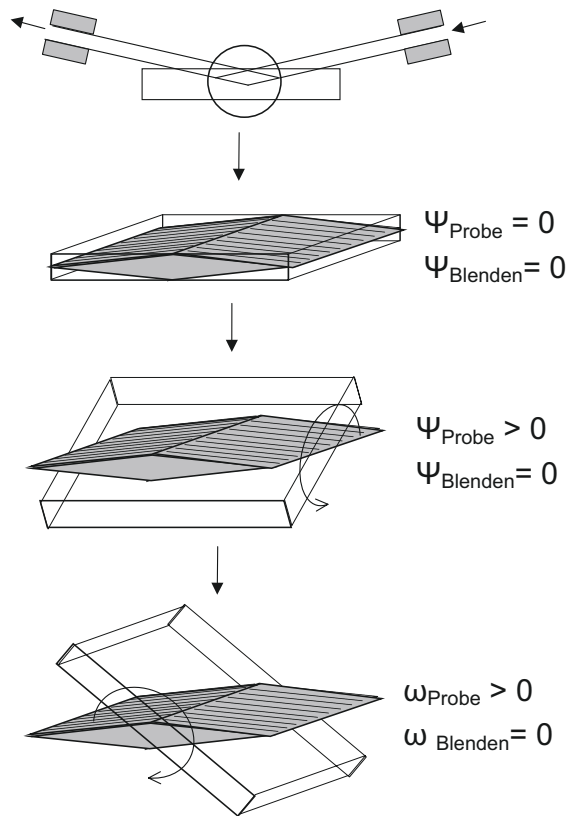


Bild 2.15: Zur Veranschaulichung des effektiven Messvolumens bei Kippung der Probe relativ zum ortsfesten Volumenelement

Oberfläche ein zweiachsiger rotationssymmetrischer Eigenspannungszustand vorausgesetzt und die Spannungskomponente  $\sigma_{||} = \sigma_{11} = \sigma_{22}$  aus der Dehnungskomponente senkrecht zur Oberfläche  $\sigma_{33}$  mit Hilfe der elastischen Konstanten ( $\sigma_{||} = -E_{hkl}\epsilon_{33}(z)/2\nu_{hkl}$ ) berechnet (beispielsweise in [44]).

Die Bestimmung der Spannungen aus den Dehnungen erfordert die Kenntnis des dehnungsfreien Gitternetzabstands  $d_0$  (Gleichungen 2.10). Insbesondere bei der Beschränkung der Messrichtungen auf die Richtungen des Hauptspannungssystem ist die Kenntnis des exakten  $d_0$  der zu untersuchenden Probenstelle unerlässlich. In der Praxis werden zur Bestimmung mehrere, dem Messproblem angepasste Möglichkeiten in Betracht gezogen:

- a) Bei der Bestimmung von Spannungen im Werkstoffvolumen ist die Nutzung einer spannungsfreien chemisch identischen Referenzprobe möglich.
- b) Im Falle von lokal begrenzten Spannungsfeldern kann ein weit entfernter als unbeeinflusst betrachteter Bereich zur Ermittlung von  $d_0$  herangezogen werden.

- c) Bei Eigenspannungsverläufen über eine Querschnittsfläche  $A$  kann gemäß der Gleichgewichtsbedingungen (Gl. 2.13)  $d_0$  aus dem Mittelwert der gemessenen Gitterabstände  $d$  über  $A$  bestimmt werden.

Gemäß Abbildung 2.11 kann das Strain-Scanning-Verfahren in zwei Schritte eingeteilt werden, die das Eintauchen des VE in die Oberfläche („through surface strain scanning“) und das anschließende Durchscannen des Volumens („strain scanning“) wiedergeben.

Beim Eintauchen des VE in die Oberfläche treten eine Reihe von Einflussfaktoren auf, deren Ausprägung vom individuellen experimentellen Aufbau und der Strahlgeometrie abhängen [44]:

- a) Die Verteilung der Wellenlängen über den primären Strahlquerschnitt und folglich über den VE-Querschnitt sind aufgrund der Eigenschaften von Quelle und Monochromator inhomogen. Bei monochromatischen Experimenten tragen sie daher beim Eintauchvorgang des VE in die Oberfläche signifikant zur Interferenzverschiebung bei. Im Falle der energiedispersiven Synchrotronexperimente können die Effekte aufgrund des großen Abstands von Quelle zum Experiment in der Regel vernachlässigt werden.
- b) Die Eigenschaften der primären und sekundären optischen Elemente, z. B. die Divergenz des Sollers und die Form der Blendenöffnungen, bestimmen den Strahlengang und somit die Form des VE. Bei der mathematischen Beschreibung der optischen Elemente werden oft vereinfachende Ansätze gewählt, um eine analytische Lösung der geometrischen Verhältnisse beim Eintauchvorgang zu ermöglichen. Beispielsweise wird in [82] die winkelabhängige Intensitätsverteilung einer Sollerblende durch eine Normalverteilung angenähert und nicht durch eine Dreiecksfunktion entsprechend der grundlegenden Theorie in [83] beschrieben.
- c) Beim Eintauchvorgang bestimmt nicht das gesamte durch die Blenden definierte VE die Informationsschwerpunktlage, sondern nur der Teil des VE, der in die Oberfläche eingetaucht ist. Dadurch kommt es beim Eintauchen zu einer sukzessiven Schwerpunktverschiebung, die zu einer Verschiebung des effektiven Beugungswinkels führt. Prinzipiell ist dabei der Einfluss der Absorption zu beachten, bei Neutronenmessung wird dieser Term aber wegen der geringen Wechselwirkung der Strahlung mit der Materie in der Regel vernachlässigt.

- d) Ein Teil des gebeugten Strahlengangs wird durch die sekundäre Blende(n) beim Eintauchen des VE asymmetrisch abgeschnitten und so, abhängig von der Position des VE beim Eintauchvorgang, ein asymmetrisches, verschobenes Beugungsprofil hervorgerufen.

Bei der Herleitung der analytischen Lösung des Eintauchvorgangs werden die Einzelbeiträge in einer Gewichtung  $f$  der Intensität  $I$  beim Beugungsprozess zusammengefasst. Der Schwerpunkt der  $2\theta$ - bzw. Energieverteilung berechnet sich dann gemäß [83] zu

$$\langle E \rangle = \frac{\int E \cdot f(E) \cdot I(E) dE}{\int f(E) \cdot I(E) dE}$$

Die Überprüfung der analytischen Beschreibungen erfolgte in [44] durch Monte Carlo Simulationen oder in [44] experimentell durch die Bestimmung der Winkel- bzw. Energieverschiebung innerhalb des VE mit Hilfe von sehr dünnen Folien und Drähten. Es zeigt sich, dass die mathematischen Ansätze die Korrektur der Messdaten innerhalb der Fehlergrenzen erlauben. Nach vollständigem Eintauchen des VE bleiben die geometrischen Verhältnisse beim Durchscannen des Volumens unter der Voraussetzung eines hinreichend homogenen und feinkörnigen Gefüges [84] unverändert, so dass relative Korrekturen der Interferenzlage nicht notwendig sind. Allerdings erscheint die Entfaltung der gemessenen Verteilung von dem Intensitäts- und Interferenzlagenprofil des VE in Hinblick auf eine Verbesserung der Ortsauflösung insbesondere in den Fällen sinnvoll, bei denen die Ausdehnung des VE im Verhältnis zur Eindringtiefe groß ist. Ein entsprechender Ansatz lässt sich in [85] finden. Die mathematisch aufwendige Prozedur trägt dabei dem Umstand Rechnung, dass die einzelnen Datenpunkte des gemessenen Verlaufs mit Fehlern behaftet sind, obwohl aus mathematischer Sicht aufgrund der Faltung des Dehnungsprofils mit dem VE-Profil ein „geglätteter“ Verlauf erwartet wird.

Für die experimentelle Umsetzung des Strain-Scanning-Konzeptes ist eine Vielzahl von Methoden entwickelt worden, die jeweils unterschiedliche Strahlungsquellen und Detektorkonzepte nutzen. Nach Abb. 2.16 [7] lässt sich eine Einteilung anhand folgender Charakteristika vornehmen:

- a) Monochromatischer Strahl,  $\theta/2\theta$ -Scans in Reflexions- und Transmissionsanordnung, mit und ohne Analysatorkristall (Abb. 2.16i),
- b) Monochromatischer Strahl, Transmission, CCD Flächendetektor, mit und ohne Fokussierung des Primärstrahls, mit und ohne sekundäre Blendensysteme (Abb. 2.16ii),

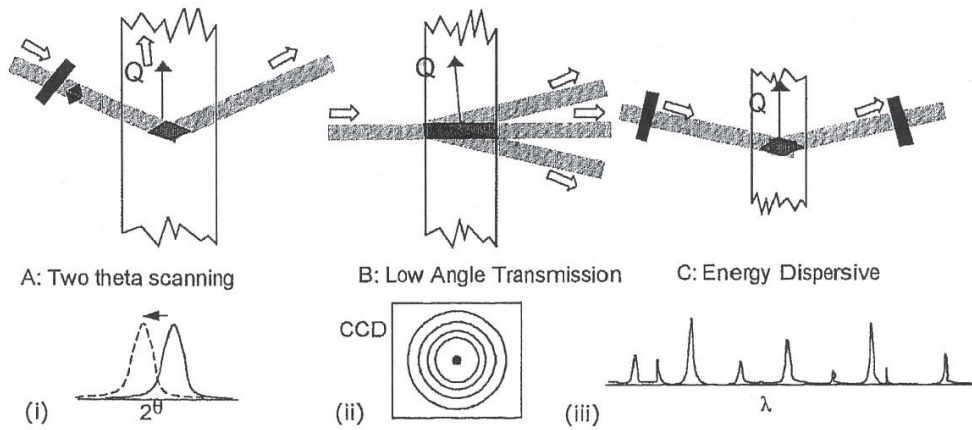


Bild 2.16: Einteilung der Strain-Scanning - Synchrotronmethoden in [7]

c) Energiedispersive Methoden mit Halbleiterdetektoren (Abb. 2.16iii).

Das zuerst genannte Konzept wird beispielsweise an der ESRF (European Synchrotron Radiation Facility) an den Beamlines SRS 16.3 [7, 44], BM16 [44] und ID15 [45] zur Untersuchungen von Aluminiumwerkstoffen eingesetzt. Geringe Beugungswinkel zwischen  $5^\circ$  und  $15^\circ$  bei Strahlenergien im Bereich von 30 - 40 keV erzeugen VE mit einem Seiten-zu-Höhe-Verhältnis von 7:1 bis 10:1. Die Blendenöffnungen betragen minimal 0,1 mm und definieren so VE mit einer Ausdehnung von etwa  $0,1\text{ mm} \times 1\text{ mm}$ . Die Verwendung eines sekundären Analysatorkristalls erlaubt bei den Experimenten eine signifikante Verringerung der zu korrigierenden Effekte beim Eintauchvorgang [45].

a) Wird das VE in Reflexionsanordnung unter  $\psi = 0$  eingetaucht („normal gauge“), erfasst man gerade die Dehnungen der oberflächenparallelen Netzebenen  $\epsilon_\perp(hkl, z)$  (vgl. Abb. 2.14b), und es gilt

$$\sigma_\parallel(z) = \left( \frac{E}{2\nu_{hkl}} \right) \epsilon_\perp(hkl, z)$$

(Querkontraktionseffekt).

- b) Taucht das VE hingegen unter dem spitzen Winkel  $2\theta$  in die Probe ein (Transmissionsanordnung, „in-plane gauge“), erhält man die direkt von der in-plane-Spannung beeinflussten Gitterdehnungen der senkrecht zur Oberfläche liegenden Netzebenen  $\epsilon_k(hkl, z)$  (vgl. Abb. 2.14a). In diesem Fall wird:

$$\sigma_{||}(z) = - \left( \frac{E}{1 - \nu} \right)_{hkl} - \epsilon_{||}(hkl, z)$$

Dem Vorteil der wesentlich höheren Ortsauflösung im ersten Fall steht lediglich die um einen Faktor von etwa drei (Querkontraktion) höhere Sensitivität der Messanordnung im zweiten Fall gegenüber.

Die in den „in-plane“- und „normal“-Richtungen ermittelten oberflächenparallelen Spannungsverteilungen zeigen im Bereich der ersten Zehntel mm deutliche Abweichungen, die auf die unterschiedlichen geometrischen Verhältnisse beim Eintauchen der VE zurückzuführen sind. Der mittels  $\sin 2\psi$ -Verfahren ermittelte Oberflächenwert spricht dafür, dass die Umrechnung aus der Dehnung parallel zur Oberflächennormalen den tatsächlichen Eigenspannungsverlauf besser widerspiegelt als die „in-plane“- und Neutronenmessung [44]. Die Anwendung der kürzlich in [85] entwickelten Methode zur Entfaltung von Messprofilen zeigt die Schwierigkeiten, eine Übereinstimmung in den in unterschiedlichen Orientierungen bestimmten Verläufen zu erreichen.

Eine Weiterentwicklung der monochromatischen Verfahren stellt der Einsatz von hochauflösenden CCD (charge-coupled device) Flächendetektoren dar (Abb. 2.16ii), die in Verlängerung der Strahlachse hinter der Probe positioniert werden. Durch ausschnittsweise oder ganze Aufnahme von Debye-Scherrer-Ringen können so richtungsabhängige Informationen innerhalb von kurzen Aufnahmezeiten gewonnen werden, ohne das Probensystem relativ zum Laborsystem zu kippen, was diese Methoden für in-situ-Experimente besonders geeignet erscheinen lässt. Günstig in Bezug auf die geringe zur Verfügung stehende Detektorfläche wirkt sich dabei aus, dass die Beugungsinformation infolge der hohen Strahlenergien bzw. kurzen Wellenlängen auf einen kleinen Raumwinkelbereich beschränkt bleibt.

Die im Detektor gesammelte Intensität wird nach einem Algorithmus ausgewertet, bei dem nach geometrischen Korrekturen mit Hilfe einer Referenzprobe die geeignete Integration über entsprechende Winkelbereiche ausgeführt wird. Das Verfahren reagiert auf Dejustageeffekte empfindlich. Nach [86] ist bei kleinen Bragg-Winkeln der Gitterabstand

$$d \approx \frac{2\lambda L}{D}$$

( $L$  = Proben - Detektor - Abstand,  $D$  = Durchmesser des Beugungsringes). Daraus folgt unmittelbar, dass sich schon kleine Unsicherheiten in der Proben- und Detektorpositionierung erheblich auf die Dehnungsbestimmung auswirken. Eine Vergrößerung des Proben - Detektor - Abstands verringert den Effekt deutlich.

Die Erweiterung des Verfahrens von dem zweidimensionalen Strain Scanning relativ zur Oberfläche der durchleuchteten flachen Probe hin zu einem dreidimensionalen Scanning mit hoher örtlicher Auflösung lässt sich mittels konischer und spiralförmiger Blenden verwirklichen. Dabei werden die Blenden variabel zwischen Probe und Detektor positioniert und so die Ausdehnung des langgestreckten VE begrenzt. Die Fokussierung des Primärstrahls ermöglicht dabei zwar VE geringer Ausdehnung, führte aber andererseits zu Grobkorneffekten, die in [87] diskutiert werden.

Neben der Bestimmung von Dehnungen aus den Energielagenpositionen der detektierten Interferenzen lassen sich aus der Vielzahl der gleichzeitig detektierten Interferenzen phasenspezifische Strukturen durch „scattering intensity profiling“ abbilden, wobei auch Fluoreszenzlinien einbezogen werden. So lassen sich gezielt Bereiche innerhalb des Werkstoffs aufspüren und untersuchen, beispielsweise Faserverbunde, Schichtsysteme und Rissspitzen.



# 3 Experimentelle Durchführung

## 3.1 Vorbehandlung der Substrate

Im Rahmen dieser Arbeit wurden zwei unterschiedliche Beschichtungsarten untersucht. Dabei handelt es sich um eine TiAlN-Schicht die mittels PVD-Prozeß und ein Schichtsystem aus TiCN/ $Al_2O_3$ /TiCN welches durch einen CVD-Prozeß aufgebracht worden ist. Als Substrate wurden WC-Wendeschneidplatten der Sorte SEKN mit 12 % Kobalt verwendet. Diese waren jeweils geschliffen. Um Einflüsse durch die Schwankung der chemischen Zusammensetzung oder Sinterbedingungen ausschließen zu können, wurden jeweils WSP aus ein und derselben Charge verwendet.

Tab. 3.1: Zusammensetzung und Behandlungsarten der untersuchten Proben

Typ	Beschichtungsart	Schichtsystem	Bemerkung
SEKN WC	—	—	Trockenstrahlen(TS)
SEKN TiCN	CVD	TiCN	Trockenstrahlen(TS) Nassstrahlen(NS)
SEKN EK	CVD	TiCN/ $Al_2O_3$	Trockenstrahlen(TS) Nassstrahlen(NS)
SEKN 75	CVD	TiCN/ $Al_2O_3$ /TiCN	Trockenstrahlen(TS) Nassstrahlen(NS)
THR-S	PVD	TiAlN	Nassstrahlen(NS)

Die TiAlN-Beschichtung wurde bei *Kennametal* in Essen mittels eines Sputterprozesses durchgeführt. Der Handelsname dieser Schicht ist ALOXSN<sup>2</sup>. Hier wurden alle untersuchten Wendeschneidplatten vorbehandelt. Es erfolgte eine Reinigung im Ultraschallbad sowie ein Nassstrahlen. Bei den CVD-Schichtsystem wurden die Proben schrittweise Beschichtet und jeweils aus den einzelnen Beschichtungsstufen fünf Proben untersucht.

Hierbei wurden, um verschiedene Eigenspannungsgradienten zu erhalten, jeweils 2 Stück mit den Parameter  $t=10s$  bei 1,5 bar trocken mit Korund EKF 220 der Firma *SVS Strahltechnik Düsseldorf* gestrahlt. Die Korngröße des Strahlmittels liegt laut Hersteller zwischen  $50\mu m$  und  $80\mu m$ . Um definierte und reproduzierbare Strahlbedingungen zu erhalten, wurde nur

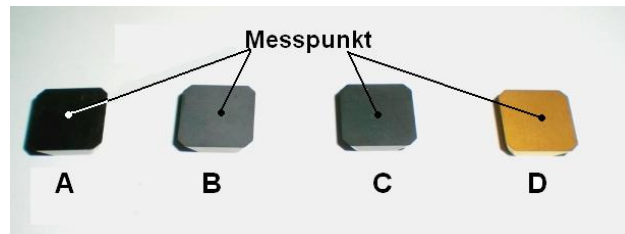


Bild 3.1: Messpunkt an den WSP der Sorte SEKN (WC(A), TiCN(B), EK(C) und 75(D))

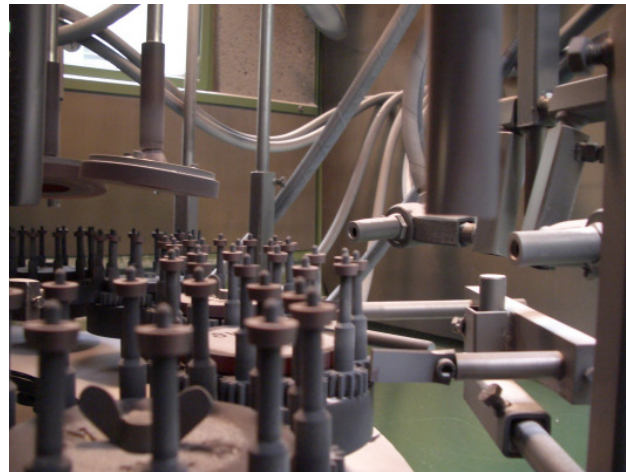


Bild 3.2: Strahlanlage der Firma Auer Strahltechnik in Mannheim

von oben auf die Spanfläche gestrahlt, da hier die Düsen senkrecht zur Probenoberfläche angeordnet sind [8]. Dazu wurde eine in der Industrie übliche Anlage SA 1200 der Firma *Auer Strahltechnik* aus Mannheim verwendet, Bild 3.2.

Zum einstellen eines weiteren Eigenspannungsgradienten wurden zwei weitere Proben nach Ebermannstadt geschickt, wo sie einer Strahlbehandlung mit den selben Bedingungen unterzogen wurden, die allerdings nicht mit Druckluft sondern mit einem Bindemittel durchgeführt wurden sind.

## 3.2 Röntgenographische Spannungsmessung

Die röntgenographische Spannungsmessung wurde mit einem Diffraktometer D5000 der Firma *Bruker AXS* mit offener Eulerwiege durchgeführt, Bild 3.3. Zur Ermittlung der Spannung beim WC (PDF Nr. 00-025-1047) wurde der (211)-Peak ausgewählt, da er einen hinreichend großen Beugungswinkel von  $2\Theta = 117,3^\circ$  [14] und eine ausreichend große Intensität hat. Für die Spannungsmessung an den Schichtsystemen wurden verschiedene Peaks verwendet. An der TiCN-Oberflächenschicht ist der (422)-Peak, bei  $Al_2O_3$  ist der (116)-Peak und bei den TiAlN (200)-Peak verwendet wurden, welche eine ausreichende Intensität für die Untersu-

chung aufweisen sowie keine Überlagerungen mit Peaks des WC Hartmetallsubstrats und der anderen Grundschichten vorliegen. Die Eigenspannungen wurden bei den WSP im beschichteten Zustand vor und nach den einzelnen weiteren Behandlungsschritten an der jeweiligen Deckschicht ermittelt.

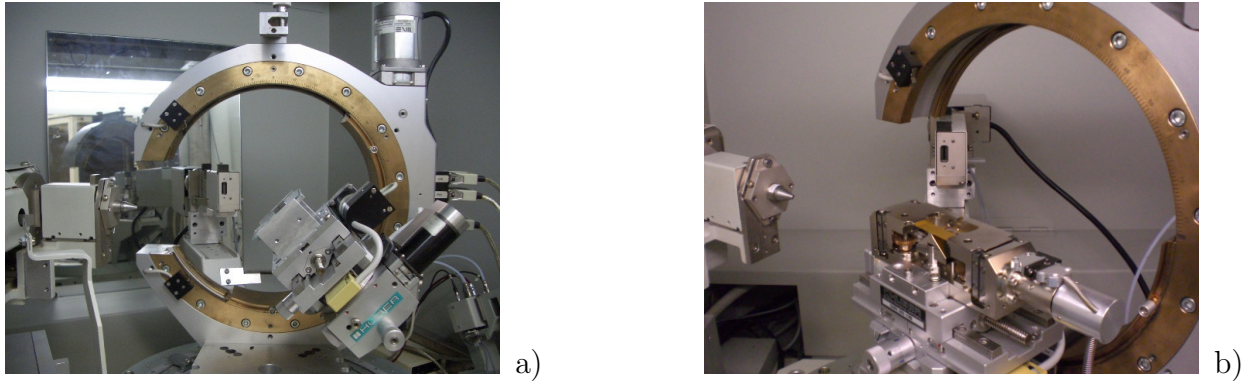


Bild 3.3: D5000 mit offener Eulerwiege(a) und mit Biegemodul(b)

Um reproduzierbare Ergebnisse zu erhalten, wurden alle Platten in gleicher Weise mit doppelseitigem Klebeband auf dem Glasprobenträger befestigt und die Messung erfolgte jeweils an der gleichen Stelle, siehe Bild 3.1. Dabei wurde die Probe, über einen Winkelbereich von ca.  $2\Theta = \pm 2^\circ$  um das Peakmaximum, in Schritten von  $2\Theta = 0,06^\circ$  mit einer Messzeit von 4,5 s pro Schritt vermessen. Im Bereich des  $\Psi$ -Winkels wurde von  $-45^\circ$  bis  $+45^\circ$  in Schritten von  $\sin^2 = 0,1$  gekippt. Über die Lage der Peakmaxima konnten nun die Netzebenenabstände bestimmt werden, welche dann über die  $\sin^2\Psi$ -Werte aufgetragen wurden. Um einen dreiachsigen Spannungszustand zu erhalten wurden die Untersuchungen bei Probenverdrehungen von  $\phi = 45^\circ$  und  $\phi = 90^\circ$  wiederholt. Als Röhrenspannung wurden 40 kV und als Röhrenstrom 40 mA gewählt. Es wurde mit  $\text{CuK}\alpha$ -Strahlung, welche eine Wellenlänge von  $\lambda = 0,15418 \text{ nm}$  hat, gearbeitet. Zur Auswertung der Spannungsmessung stand das Programm *Leptos6.0* von *Bruker* zur Verfügung. In der Auswertung wurde mit den Elastizitätskonstanten nach Kroeninger gearbeitet, da die gleiche Spannung für alle Körner angenommen wird. Die Bestimmung der Peaklage erfolgte nach der Methode des von *PearsonVII*. Für die elastischen Kenngrößen (REK) des Wolframkarbids wurde der in [88] tabellierte Wert verwendet. Dies kann als gute Näherung gesehen werden. Allerdings entsteht ein Fehler dadurch, dass die Bestimmung experimentell an einem mischkarbidhaltigen WC-Hartmetall (25,5% (Ti, Ta, Nb)C) mit einem Kobaltgehalt von 10% durchgeführt wurde. Besser sind die Werte für  $\text{Al}_2\text{O}_3$  dabei tabelliert. Da allerdings TiAlN und TiCN als Mischkristalle keine streng definierten stöchiometrischen Zusammensetzung besitzt, liegen hier keine tabellierten Werte vor. Zur Ermittlung der Schichteigenspannungen wurden die in [88] tabellierten Werte für TiN (PDF Nr. 00-038-1420) und TiC(00-032-1383) verwendet. Dies ist möglich, da die Kristallstruktur von TiAlN, TiC und TiN verwandt sind und sich die REK der kubischen Hartstoffe nur wenig unterscheiden. Die Absolutwerte der Schichtspannungen weichen

von den ermittelten Werten ab, liegen aber in der gleichen Größenordnung, und sind in der Tendenz richtig. Die Fehlerangaben wurden dem Auswerteprogramm *Leptos6.0* von *Bruker* entnommen. Die Berechnung des Fehlers erfolgt hierbei über die Abweichung der Messwerte von der errechneten Regressionskurve. Waren die so ermittelten Fehler kleiner als 50 MPa, wurde dieser Wert angenommen, da dies die Messgenauigkeit des Verfahrens widerspiegelt.

#### 3.2.1 Spannungsmessung am Biegemodul

Die Untersuchung des Spannungszustandes unter Belastung des Schitsystems wurden mit dem *200N Biegemodul* der Firma *Kammrath&Weiss Gmbh* durchgeführt, welches direkt in das Diffraktometer D5000 der Firma *Bruker AXS* eingebaut wird (siehe Bild 3.3b).

Hierbei wird der äußere Rahmen mittels eines Schneckengetriebes nach unten bewegt (siehe Bild 4.14). Bei den Untersuchungen hat sich eine Schwankung der Spannungswerte während der Messung von circa  $F = \pm 1N$  ergeben. Diese Schwankung ist auf das Messprinzip der Kraft des Biegemoduls zurückzuführen, da die Kraftmessdose in der Probenmitte positioniert ist und während der  $\Psi$ -Winkelverkipfung sich Querbewegungen ergeben haben. Aus diesem Grund wurden die Spannungswerte aus den in senkrechter Stellung befindlichen Biegemodul ermittelt.

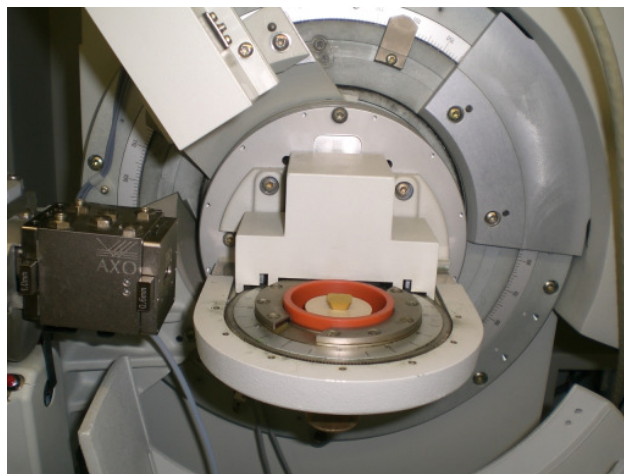


Bild 3.4: D5000 *Theta/Theta* für die Gradientenmessung

#### 3.2.2 Spannungsgradientenmessung

Bei dieser Bestimmung wurden mit dem *D5000 Theta/Theta*-Diffraktometer der Firma *Bruker AXS GmbH* Dünnschicht aufnahmen durchgeführt. Um in verschiedene Materialtiefen schrittweise vorzudringen werden Schrittweise ( $\Delta\theta = 0,5^\circ$ ) mehrere Detektorscanaufnahmen mit jeweils festen Einstahlwinkeln für  $\Theta = 0,5^\circ - 8,0^\circ$  und einem Detektorbereich

von  $2\Theta = 30^\circ$  bis  $110^\circ$  aufgenommen. Unter dem streifenförmigen Einfall der Röntgenstrahlung werden größere Bereiche der Probe bestrahlt und kann somit die Messzeit pro Messpunkt auf 1 s reduziert werden. Die Röhrenspannung wurde auf 40 kV und der Röhrenstrom auf 40 mA festgelegt. Als Software zur Auswertung der Messungen wurde das Programm *Leptos6.0* von Bruker und die Auswertemethode „multiple hkl 1D“ verwendet.

## 3.3 Weitere Untersuchungen

Für weitere Untersuchungen standen verschiedene Geräte für Mikrostruktur- und mikroskopische Untersuchungen zur Verfügung. Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen wurden mit dem REM *XL30 ESEM* mit  $LaB_6$ -Kathode der Firma *FEI* durchgeführt. In dieses wurde das Biegemodul eingebaut um die Oberflächenstruktur während der Belastung aufzunehmen.

Weiterhin wurden an den Proben, nach den Spannungsuntersuchungen, Optische Glimmentladungsspektroskopie (GDOES) Messungen mit dem *GDA 750* der Firma *Spectrums* durchgeführt. Als Ergebnis erhält man die Materialzusammensetzung und die Schichtdicke der Proben. Während der Untersuchung wird die Oberfläche durch eine Glimmentladung abgetragen und das entstehende Gasspektrum mit mehreren Photomultipliern aufgenommen (siehe Bild3.5). Die Berechnung der Tiefe wird unter Verwendung des gewichteten Durchschnitts der Dichten und Annahme konstanten Atomvolumen durchgeführt.

$$\frac{1}{\rho} = \sum_i \frac{c(at\%)_i}{\rho_i} \Rightarrow d = \frac{q_s t}{\rho A}$$

Dabei ist  $\rho_i$  die Dichte der Stoffsorte.

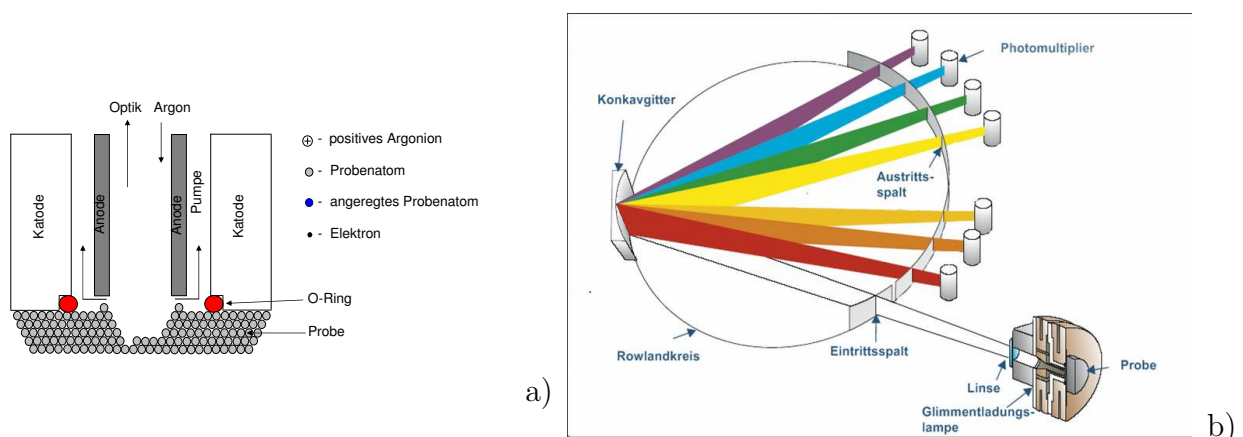


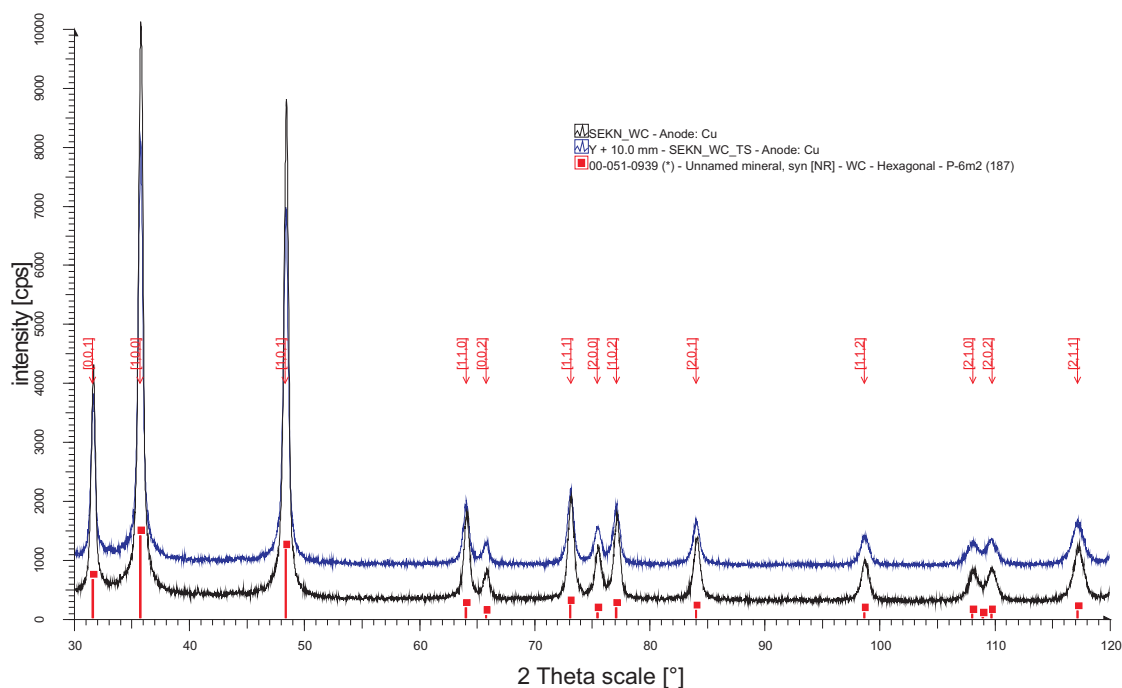
Bild 3.5: Funktionsprinzip des *GDA 750* der Firma *Spectrums*

## 4 Ergebnisse und Auswertung

Im ersten Teil dieses Kapitels geht es um die Voruntersuchung der Materialzusammensetzungen mittels Bragg-Brentano-Aufnahmen und GDOES-Messungen. Zusätzlich wurden nach dem  $\sin^2\psi$ -Verfahrens die Spannungswerte der Deckschicht vor und nach der Behandlung der Proben untersucht. Anschließend wird auf die Strahlmittel eingegangen. Der zweite Teil geht auf die Ergebnisse der Spannungswerte unter Belastung mit dem Biegemodul ein, bei diesen Untersuchungen werden die Spannungswerte mittels  $\sin^2\psi$ -Verfahrens ermittelt. Abschließend wird auf die Ergebnisse der Gradientenmessungen innerhalb des Schichtsystems eingegangen.

Tab. 4.1: Übersicht der verwendeten elastischen Konstanten für Kupferstrahlung

Material	H K L	2Theta [°]	E-Modul [ $10^3 \frac{N}{mm^2}$ ]	$\nu$	S1 [ $10^{-7}$ ]	1/2S <sub>2</sub> [ $10^{-6}$ ]
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1 1 3	43,356	393,3	0,241	-6,128	3,156
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2 0 -4	52,550	413,9	0,227	-5,484	2,964
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1 1 6	57,497	388,7	0,239	-6,149	3,188
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2 1 4	66,521	384,0	0,248	-6,458	3,250
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2 0 8	74,299	387,2	0,238	-6,254	3,150
TiC	2 0 0	41,711	448,4	0,190	-4,300	2,660
TiC	2 2 0	60,450	432,9	0,200	-4,600	2,770
TiC	3 3 1	101,785	432,9	0,200	-4,700	2,780
TiC	4 2 0	105,502	438,6	0,200	-4,500	2,730
TiC	4 2 2	121,377	432,9	0,200	-4,620	2,772
TiN	2 0 0	42,597	444,4	0,190	-4,200	2,670
TiN	2 2 0	61,814	423,7	0,200	-4,700	2,830
TiN	3 3 1	104,677	423,7	0,200	-4,800	2,840
TiN	4 2 0	108,611	431,0	0,190	-4,500	2,770
TiN	4 2 2	125,678	423,7	0,200	-4,700	2,830
WC	1 0 0	35,642	647,0	0,236	-3,648	1,910
WC	1 0 1	48,297	721,7	0,232	-3,215	1,707
WC	2 0 1	84,070	677,4	0,233	-3,440	1,820
WC	1 1 2	98,716	731,2	0,233	-3,187	1,686
WC	2 1 1	117,303	665,9	0,234	-3,514	1,853





Wie zu erwarten war, hat sich in den Aufnahmen vor und nach der trockenen Strahlbehandlung keine Veränderung der Peaklage ergeben. Diese Peaks liegen im Bereich von reinem Wolframkarbid (WC PDF Nr. 00-051-0939). Aus Bild 4.1 hat man die Information erhalten, dass die Spannungsmessung an der (211)-Netzebene gut möglich ist. Diese Netzebene liegt nur einen geringen Teil unter den in der DIN [14] empfohlenen Bereich von  $2\Theta < 120^\circ$ .

Ergebnisse der durchgeführten Spannungsmessungen sind in Bild 4.2 aufgetragen. Hier sind im linken Bild die Mittelwerte der Ergebnisse des dreiachsigen Spannungszustandes von dem unbehandelten Hartmetallsubstrat dargestellt. Es hat sich gezeigt, dass der Spannungszustand in alle Richtungen bei circa  $\sigma = -700 \text{ MPa}$  konstant ist. Im rechten Diagramm von 4.2 sind die Mittelwerte des unbehandelten und behandelten Werkstoffes aufgezeigt. Aus den Werten zeigt sich, dass die Druckspannungen mit der Behandlung zugenommen haben, wie es auch zu erwarten war bei einer strahlenden Behandlung der Oberfläche.

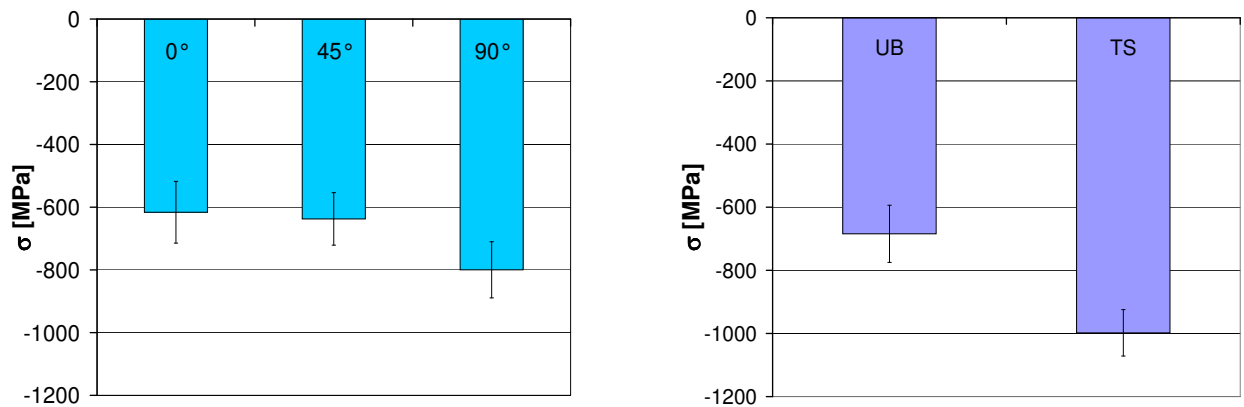


Bild 4.2: Spannungsmesswerte von dem unbeschichteten Hartmetallsubstrat WC

### THR-S

Die Diffraktogramme sind in Bild 4.3 dargestellt. Man kann erkennen, dass auch nach der Beschichtung eine Spannungsmessung an der (211)-Netzebene des Wolframkarbids möglich ist, da der Beugungspeak trotz Beschichtung noch eine ausreichende Intensität aufweist und keine Überlagerungen mit Peaks von der Schicht vorhanden sind. Problematisch für die Spannungsmessung sind die geringen Peakintensitäten und die Überlagerungen der Schichtpeaks mit den Beugungspeaks des Substrates, vor allem bei großen Beugungswinkeln. Ursachen dafür könnten die geringe Schichtdicken (kleiner Wechselwirkungsraum) oder eine Textur der Schicht sein. Da aus vorherigen Arbeiten [8] bereits bekannt ist, dass diese Schichten keine ausgeprägte Textur aufweisen, muss die Ursache der geringen Schichtpeakintensitäten vor allem mit den geringen Schichtdicken zu begründen sein.



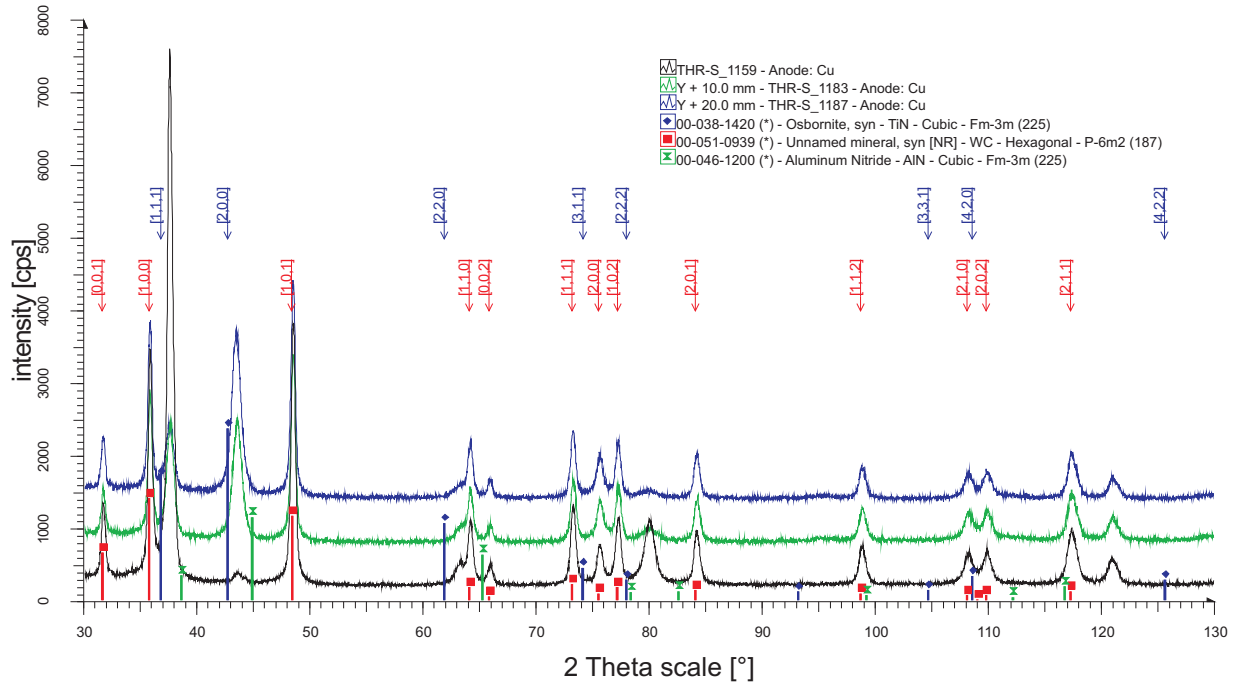


Bild 4.3: Übersichtsaufnahme der beschichteten Hartmetallsubstrate mit THR-S

Die Schichtpeaks liegen zwischen den theoretischen Beugungspeaks vom TiN (PDF Nr. 00-038-1420) und vom AlN (PDF Nr. 00-025-1495). Da sowohl TiN als auch AlN ein kubisch flächenzentriertes Gitter aufweisen und sich die (empirischen) Atomradien um weniger als 14% unterscheiden ( $r_A(Al) = 125 \text{ pm}$ ,  $r_A(Ti) = 140 \text{ pm}$ ) [89,90] kann von einer vollständigen Mischbarkeit ausgegangen werden. Über die Lage der gemessenen Peaks kann mit Hilfe der Vegard'sche Regel [16,36]:

$$c_{TiN}[at\%] = \frac{d_{AlN} - d_{Schicht}}{d_{AlN} - d_{TiN}} \quad (4.1)$$

das Verhältnis zwischen Aluminium und Titan in der Schicht ermittelt werden. So erhält man beim THR-S ein Verhältnis von ca. 45 % Titan zu 55 % Aluminium. Die Bestimmung der Netzebenenabstände kann über Berechnung mit Gleichung 2.9 erfolgen. Man kann nun mit Hilfe der Beziehung:

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (4.2)$$

die Gitterkonstante  $a$  für kubische Werkstoffe bestimmen [91]. Für die THR-S Schicht bekommt man dann  $a = 4,1734 \text{ nm}$ . Das mit röntgenographischen Mitteln bestimmte Verhält-

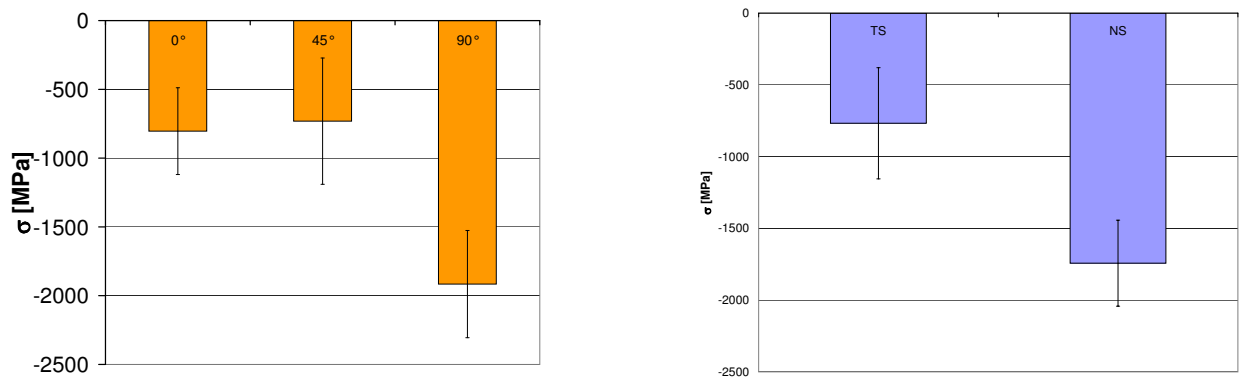


Bild 4.4: Spannungsmesswerte von THR-S

nis zwischen Aluminium und Titan kann mit Hilfe von GDOES Messungen im Wesentlichen bestätigt werden. Die hierbei erhaltenen Kurven sind in Anhang A.1 dargestellt, worin man auch die Schichtdicken der Proben erkennen kann. Die Genauigkeit des Verfahrens kann hierbei mit  $\pm 5\%$  angegeben werden.

Dabei sind im Wesentlichen geringeren Intensitäten aufgetreten. Dies ist durch das Fehlen eines Gölbspiegels und der, aufgrund der fokussierenden Optik, viel kleineren bestrahlten Flächen erklärbar. Es hat sich ergeben das eine Spannungsmessung nur an der (200)- Netzebene möglich ist, da dieser eine nötige Intensität hat. Dieser Beugungspeak liegt bei ca.  $44^\circ$ . Somit muss bei der Spannungsermittlung mit einem größeren Fehlern gerechnet werden, da sich schon kleine Positionierfehler stark auswirken [14]. Eine Spannungsmessung bei Winkeln  $2\theta < 120^\circ$  ist laut DIN nicht empfehlenswert [14], allerdings ist laut Diffraktogramm nur an der (111)- bzw. der (200)- Netzebene eine Spannungsmessung möglich, da hier eine ausreichende Intensität vorhanden ist und keine Überlagerung mit Substratpeaks vorliegt. Da die Spannungsmessungen aber nicht mit dem *Theta/Theta*-Diffraktometer, sondern mit dem Vierkreisdiffraktometer durchgeführt werden, wurden noch einmal Übersichtsaufnahmen mit diesem aufgenommen.

Im Diagramm 4.4 sind die ermittelten Spannungswerten für THR-S aufgetragen. Es ergaben sich verschiedene Spannungswerte in die verschiedenen Richtungen, diese liegen aber auch in dem Bereich der von Hoschke [8] ermittelten Größe.

## SEKN TiCN

Die von diesen Proben aufgenommenen Diffraktogramme sind in Bild 4.5 dargestellt. Aus dem Diffraktogrammen erkennt man das die Oberflächenschicht nicht während der Nachbehandlung seine Struktur verändert hat. Die Peaks für WC entstehen erst ab einem Einstrahlwinkel von  $\theta = 35^\circ$ . Darunter treten nur die Peaks von TiCN auf, welche zwischen denen von TiN und TiC liegen. Wie auch schon in dem vorherigen Abschnitt (THR-S) beschrieben ist kann man

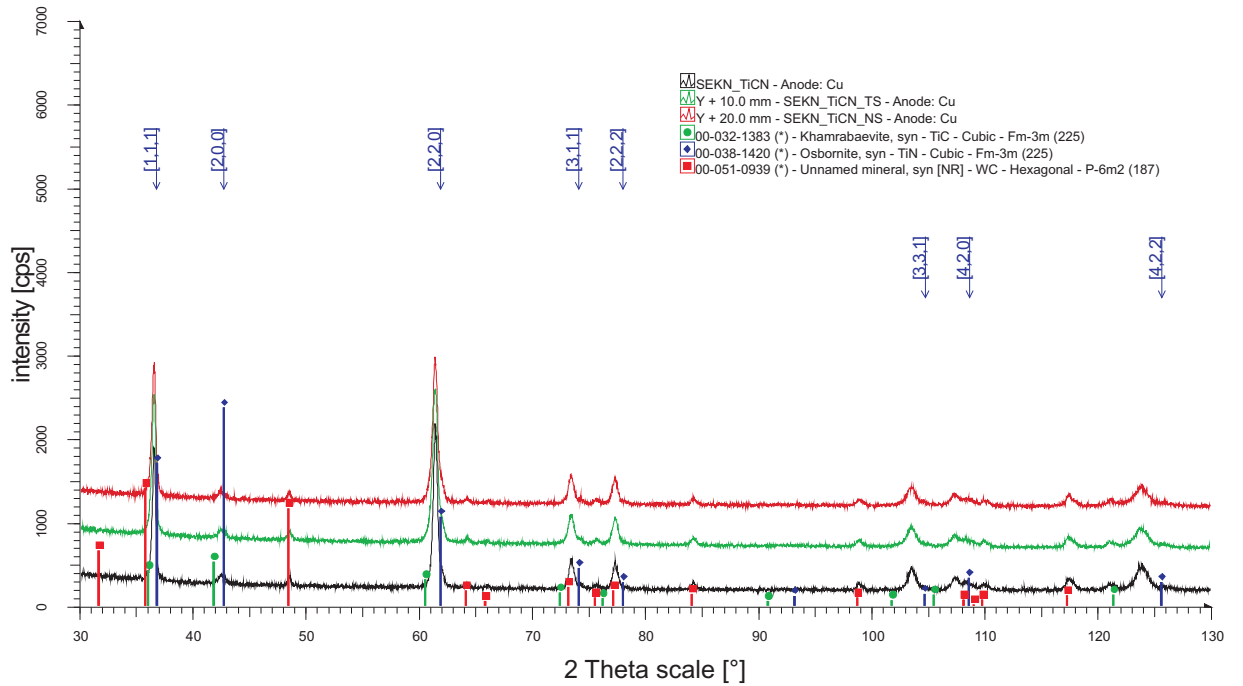


Bild 4.5: Übersichtsaufnahme der beschichteten Hartmetallsubstrate mit SEKN TiCN

das Verhältnis von TiN und TiC über die Vegardche Regel bestimmen. Das Ergebnis aus dieser Bestimmung ist das das Verhältnis bei ca. 1:1 liegt, diese Ergebnis hat sich auch aus den GDOES Aufnahmen (siehe Bild A.2)ergeben.

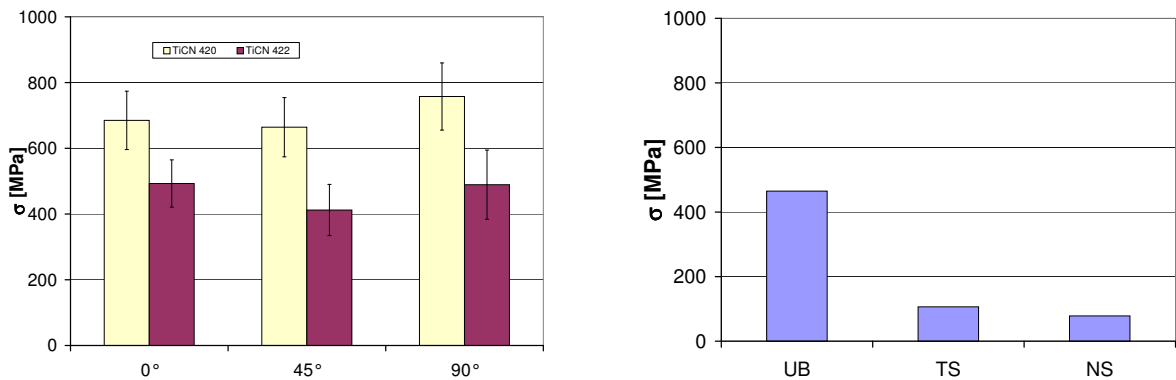


Bild 4.6: Spannungsmesswerte von SEKN TiCN

Weiterhin erhält man aus Bild 4.5 wichtige Informationen für die Spannungsmessung. Man kann erkennen, dass auch nach der Beschichtung eine Spannungsmessung an der (422) und (420)-Netzebene des TiCN möglich ist, da diese Beugungspeak trotz Beschichtung noch eine ausreichende Intensität aufweisen und keine Überlagerung mit den Peaks des Substrates vorhanden sind.

In Bild 4.6 sind auf der linken Seite die Spannungswerte des  $\sin^2\psi$ -Verfahrens für einen dreiachsigen Spannungszustand von den Peaks (422) und (420) dargestellt. Es ist zu erkennen, dass die Spannungen in die verschiedenen Richtungen gleich groß sind, allerdings sind die erhaltenen Spannungswerte verschieden in Abhängigkeit des untersuchten Peaks. Für die weiteren Untersuchungen wurde der Peak (422) genauer betrachtet, um die Vorgaben der DIN zu erfüllen.

Die Ergebnisse der Strahlbehandlung ergaben, dass die Zugspannungen der Normalspannung von  $500\text{MPa}$  auf  $100\text{MPa}$  gesunken sind und die Scherspannung sich nicht von  $-50\text{MPa}$  verändert haben.

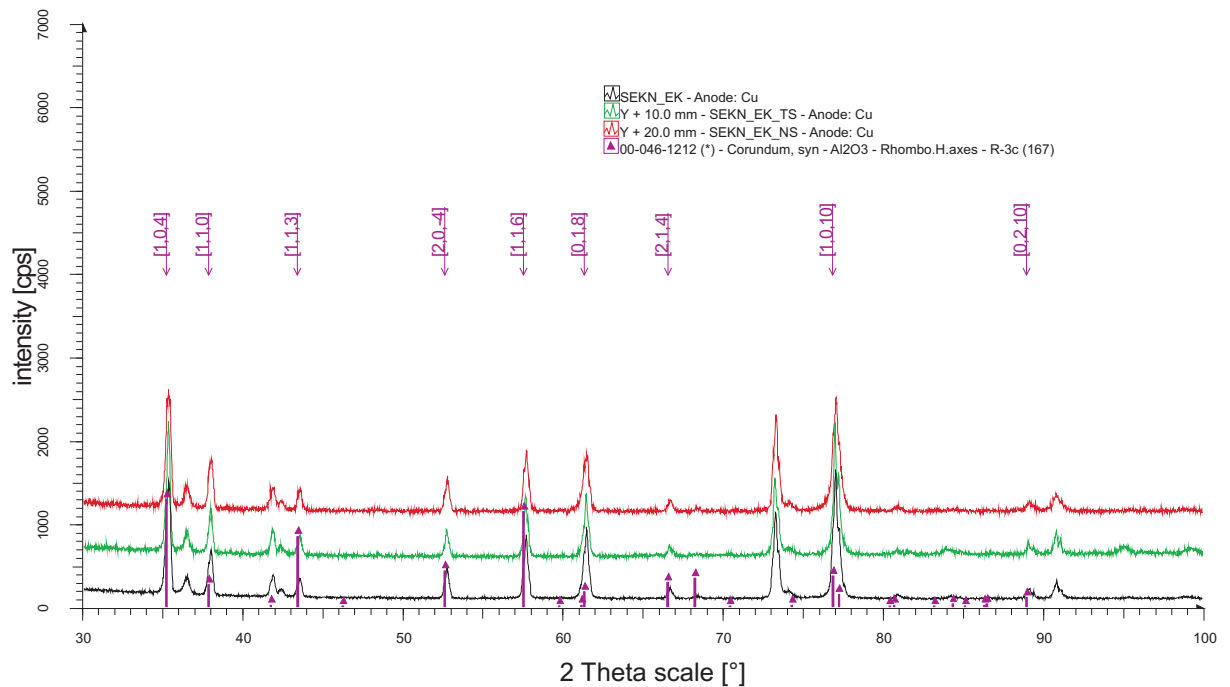


Bild 4.7: Übersichtsaufnahme der beschichteten Hartmetallsubstrate mit SEKN EK

## SEKN EK

Bei diesen Proben ergaben sich auch keine Veränderung in den Diffraktogrammen während der Behandlung. Die Zusammensetzung der Oberflächenschicht ist Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (PDF Nr. 00-046-1212).

Diese Ergebnisse sind auch aus den GDOES Messungen (siehe Diagram A.3) bestätigt wurden, zusätzlich ergaben sich die Schichtdicken der aufgetragenen Hartstoffe von ca.  $9\mu\text{m}$  pro Schicht.

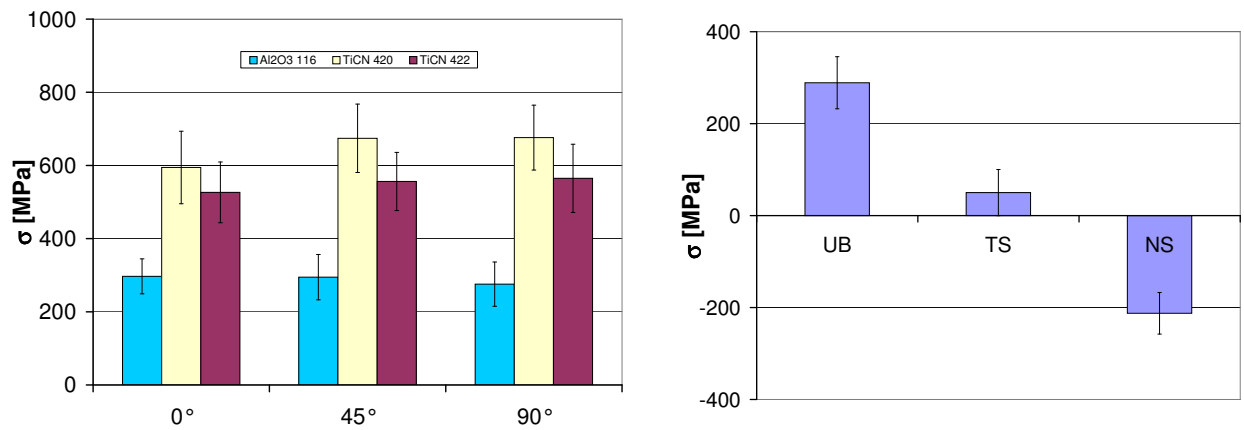


Bild 4.8: Spannungsmesswerte von SEKN EK

Um eine genügende Intensität für die Spannungsmessung zu erhalten wurde der (116) Peak von  $\text{Al}_2\text{O}_3$  untersucht, was allerdings einen höheren Fehler zur Folge hat. Aus der geringen Schwächung von Röntgenstrahlung in  $\text{Al}_2\text{O}_3$  konnten hier trotz der Schichtdicke von  $9\mu\text{m}$  auch Spannungswerte (Bild 4.8 von TiCN aufgenommen werden, diese Spannungen liegen in dem gleichen Bereich von SEKN TiCN (im vorherigen Abschnitt). Für die Spannungsmessung ergaben sich für die Oberflächenschicht ein Spannungswert von ca. 300MPa, während der Behandlung zeigt sich das die Zugspannung in Druckspannung von ca. -200MPa umwandelt haben.

## SEKN 75

Die von diesen Proben aufgenommenen Diffraktogramme sind in Bild 4.9 dargestellt. Hier zeigt sich das die Deckschicht nur sehr dünn sein kann, da hier die Peaks von  $\text{Al}_2\text{O}_3$  sehr gut zu erkennen sind. Allerdings hat sich die Deckschicht TiCN beim Nasstrahlen von dem  $\text{Al}_2\text{O}_3$  abgelöst, was auch in den Diffraktogrammen zu erkennen ist.

Diese Ergebnisse sind auch mit den GDOES Messungen (siehe Diagram A.4) bestätigt wurden, zusätzlich ergab sich die Schichtdicke TiCN von  $2\mu\text{m}$  und eine Schichtdicken der darunter aufgetragenen Hartstoffe von ca.  $9\mu\text{m}$  pro Schicht.

Bei den Spannungsmessungen ergaben sich für TiCN leicht erhöhte Spannungswerte von rund 100MPa, im Gegensatz zu dem des direkt auf WC aufgetragenen TiCN. Bei der  $\text{Al}_2\text{O}_3$  Schicht hat sich der Spannungswert während der trockenen Strahlbehandlung nicht geändert, allerdings stellt sich der Spannungswert beim Nasstrahlen auf den gleichen Wert wie bei dem nur mit  $\text{Al}_2\text{O}_3$  Beschichteten Material ein.

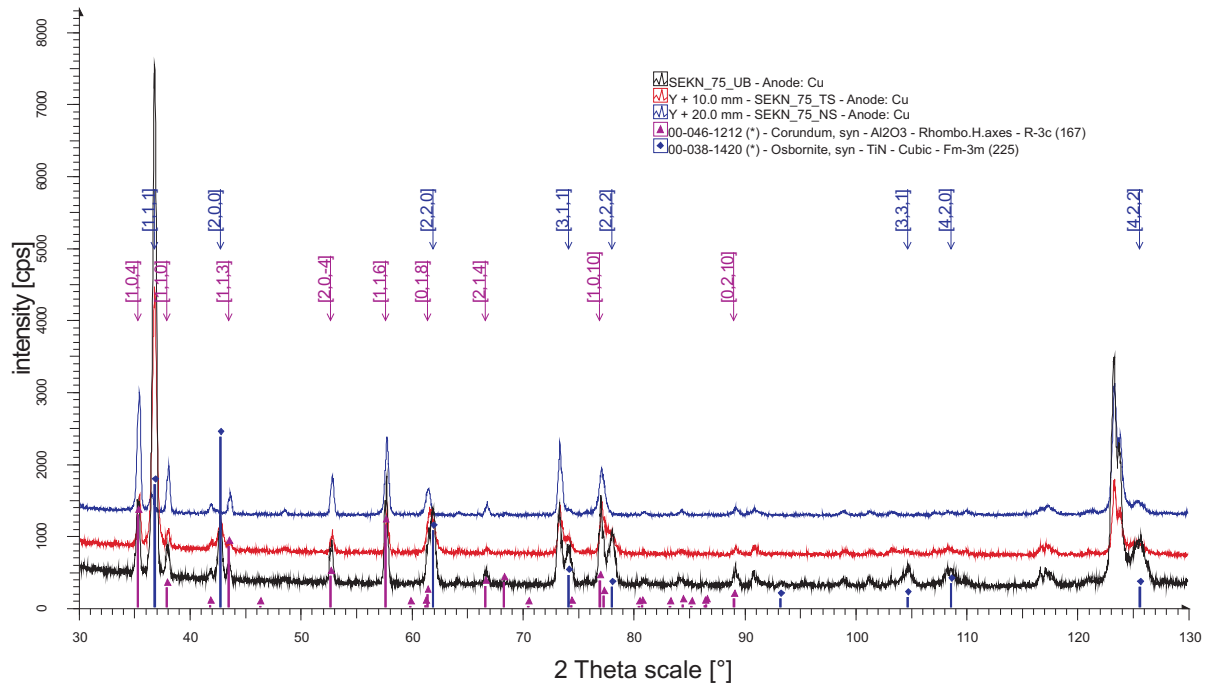


Bild 4.9: Übersichtsaufnahme der beschichteten Hartmetallsubstrate mit SEKN 75

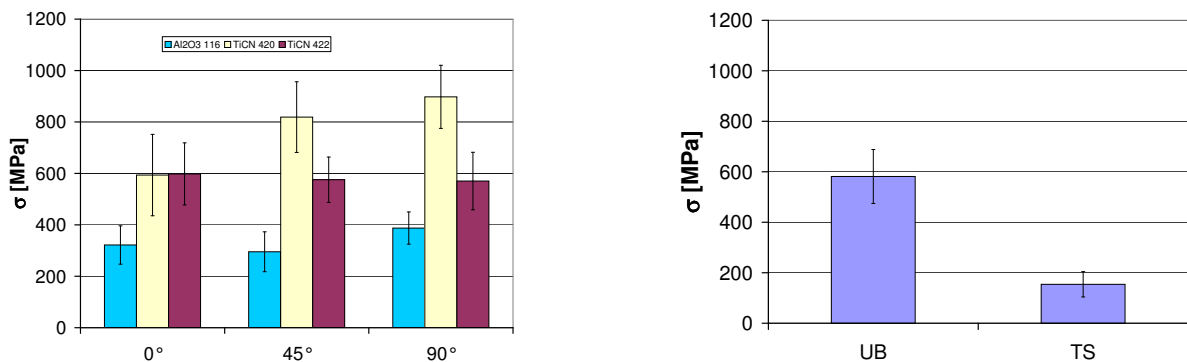


Bild 4.10: Spannungsmesswerte von SEKN 75

### 4.1.2 Untersuchungen am Strahlmittel

In der Arbeit von Herrn Hoschke wurden schon Untersuchungen an dem Strahlmittel durchgeführt. Die erste Untersuchungen am Strahlmittel wurden mit dem Rasterelektronenmikroskop durchgeführt. Da Korund nicht leitfähig ist, wurden die Partikel, nachdem sie auf Kohlenstoffklebeband aufgebracht worden waren, mit Au/Pd bedampft. Dadurch konnte schon eine erste Abschätzung der Korngröße erfolgen. Der Großteil der Teilchen sollte demnach eine Größe zwischen  $40\text{ }\mu\text{m}$  und  $70\text{ }\mu\text{m}$  haben. Weiter wurde festgestellt, dass die meisten Körner bereits abgerundet waren, Bild 4.11. Der Strahlkorund wird in der Anlage in einem Kreislauf geführt. Als neues Strahlmittel liegen die Partikel eher scharfkantig vor. Der Abrieb der Strahlmittelteilchen wird durch einen Zyklon separiert und aus dem Kreislauf entfernt.

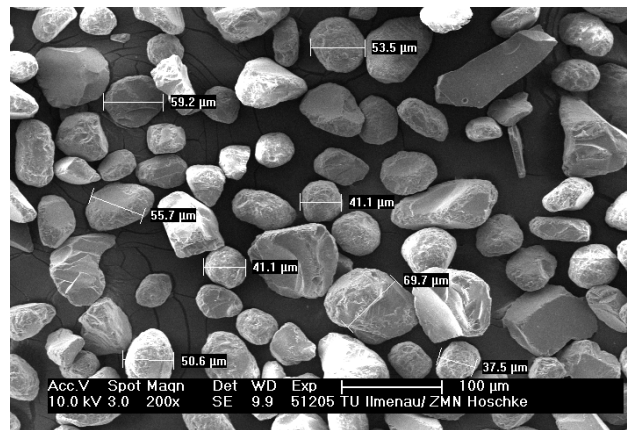


Bild 4.11: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme des genutzten Strahlmittels [8]

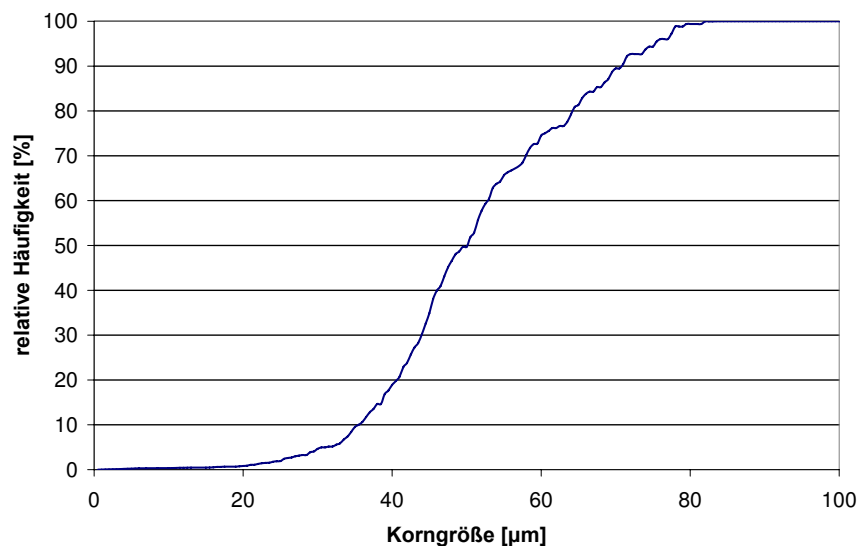


Bild 4.12: Summenkurve der Korngrößenverteilung des Strahlmittels [8]

Nach dieser ersten Abschätzung wurde eine Korngrößenbestimmung mit dem Partikelanalysesystem CIS 1 durchgeführt. Die Summenkurve der Korngrößenverteilung ist in Bild 4.12 dargestellt. Die Auswertung in Anlehnung an DIN [92] ergab, dass der überwiegende Teil der Partikel (ca. 85 %) eine Größe von  $30\text{ }\mu\text{m}$  bis  $70\text{ }\mu\text{m}$  hat. Als Maß für die Korngröße diente hierbei die Sehnenlänge. Die Ergebnisse der rasterelektronischen Untersuchung werden also bestätigt. Die ermittelten Korngrößen liegen etwas unter der Herstellerangabe ( $50\text{...}80\text{ }\mu\text{m}$ ). Dies ist durch die nachgewiesene „Abnutzung“ durch den Gebrauch erklärbar. Diese Untersuchungen wurden durchgeführt, da nach Kapitel 2.2.4 Korngeometrie und Korngröße des Strahlmittels einen Einfluss auf die Elementarprozesse beim Strahlen haben.

## 4.2 Spannungsuntersuchungen am Biegemodul

Für diese Untersuchungen wurden Hartstoffsubstrate bei TiCN und  $\text{Al}_2\text{O}_3$  beidseitig und THR-S einseitig beschichtet. Die Probengeometrie beträgt bei allen Proben  $b=10\text{mm}$ ,  $l=43\text{mm}$  und  $d=0,2\text{mm}$ .

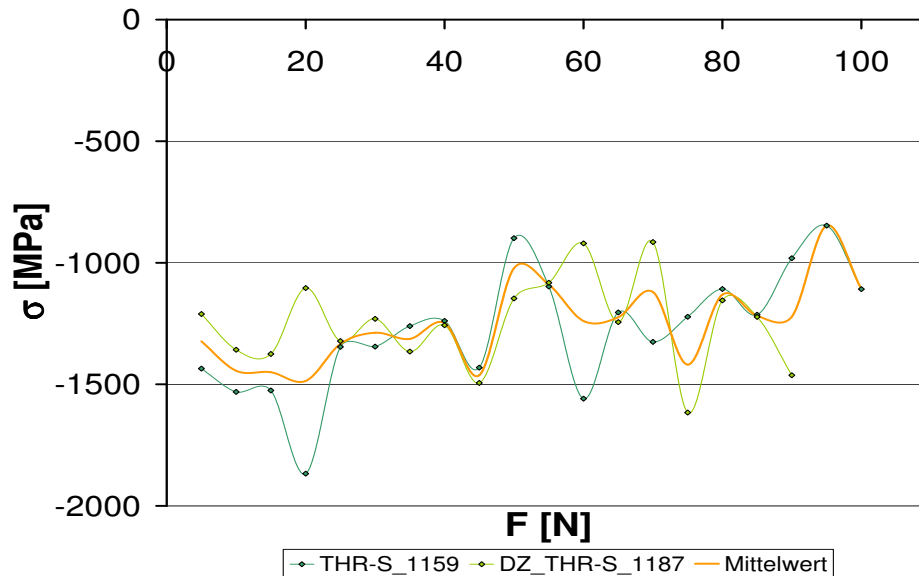


Bild 4.13: mittlerer Spannungsverlauf beim Belasten für THR-S

### 4.2.1 Biegemodulmessung an den THR-S Proben

Diese Proben sind für den Spannungsverlauf an dem (200)-Peak für TiAlN gemessen wurden. Als Ergebnis der Untersuchungen sind die in Bild 4.13 erhaltenen Verläufe herausgekommen.

Während der Messung hat sich die Probe deutlich verformt, wie es in Bild 4.14 zu erkennen ist. Im Weiteren Verlauf sind die Proben zwischen  $F = 90 - 105\text{N}$  in zwei Teile zerbrochen. Aus der Probengeometrie heraus ergab sich somit an der Oberfläche eine Zugspannung von circa  $\sigma = 1,2\text{GPa}$ . Aus dem Diagramm erkennt man das die Spannung während der Belastung sich nicht verändert. Ein Grund für diesen Verlauf könnte auf ein Abplatzen der Schicht beruhen und somit keine Zugbelastung in die Schicht einwirken können. Anderenfalls ist es auch möglich das die Schicht intern gerissen ist und nur die Grundspannungen zwischen Schicht und Grundmaterial in den einzelnen Bereichen einwirkt. Um die Ursache abzuklären wurde das Biegemodul in das REM XL30 eingebaut und die Proben dort erneut belastet und untersucht. Das Ergebnis dieser Aufnahmen ist in Bild 4.15 dargestellt. Es hat sich gezeigt das die Oberfläche eine gerissene Struktur aufweist, welche insbesondere bei eine Belastung von  $F = 85\text{N}$  deutlich zu erkennen sind.



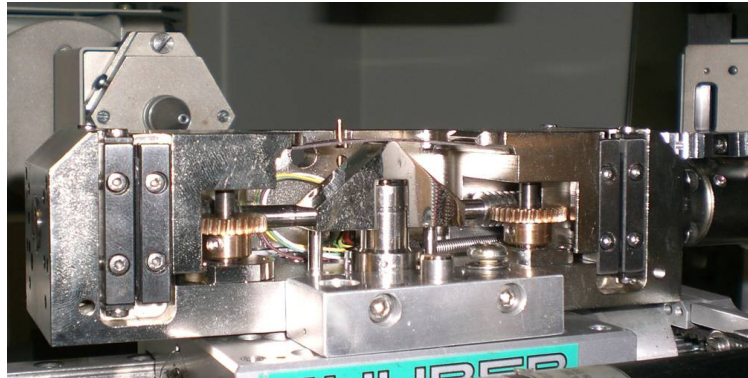


Bild 4.14: Aufnahme der THR-S Probe bei einer Belastung von 90N

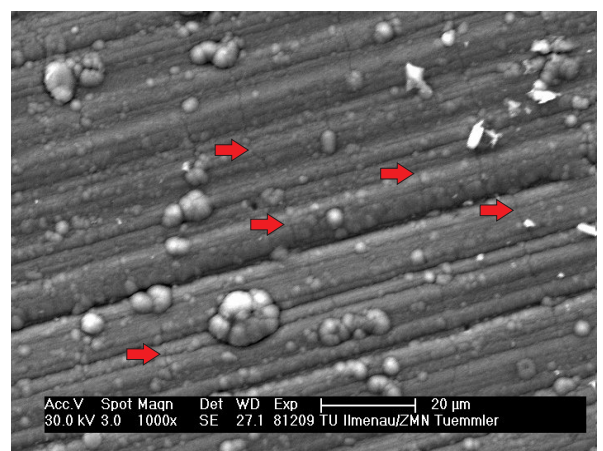
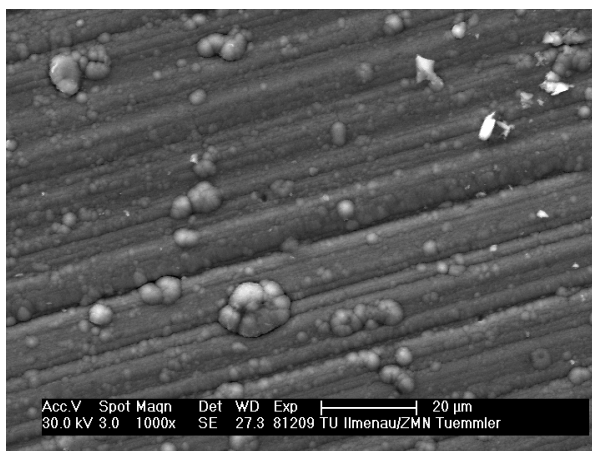


Bild 4.15: REM Aufnahmen des Biegestreifens bei 30N(links) und bei 85N(rechts)

Es hat sich gezeigt, dass die Proben unter Belastung keine Spannungsveränderung aufgewiesen haben, welches auf eine gerissene Struktur der Beschichtung zurückzuführen ist und somit keine weiteren Aussagen über die Spannung in der Schicht getroffen werden konnten, aber dass die Belastung allein von dem Grundmaterial aufgenommen werden muss.

### 4.2.2 Biegemodulmessung an den TiCN-Oberflächen

Im weiteren Verlauf wurden nun die Schichten mit einer Oberflächenschicht aus TiCN an dem (420)-Peak untersucht. Der Mittelwert dieser Belastungsmessungen ist in Bild 4.16 aufgetragen. Es hat sich ergeben, dass die Proben schon bei  $F = 22 - 25\text{ N}$  zerbrochen sind, was einem Zugspannungswert von circa  $\sigma = 300\text{ MPa}$  an der Oberfläche entspricht.

Wie in Bild 4.16 dargestellt, zeigt sich auch hier, dass die Normalspannungen über die gesamte Messung konstant sind. Bei diesen Ergebnissen ist der Fehlerbereich von  $\Delta\sigma = 70\text{ MPa}$  konstant über alle Messungen. Bei diesen Proben wurden auch Untersuchungen im *REM XL - 50* durchgeführt, welche als Ergebnis hatten, dass auch diese Proben an der Oberfläche eine ris-

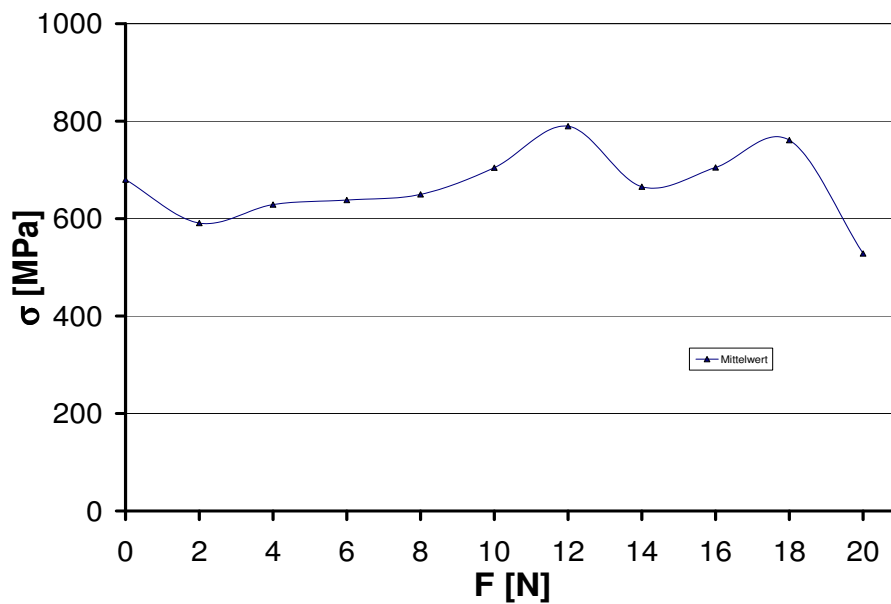


Bild 4.16: mittlerer Spannungsverlauf beim Belasten für SEKN TiCN und SEKN 75

sige Struktur aufweisen und somit die gleichen Schlussfolgerungen für diese Beschichtungen getroffen werden können, wie sie in der Beschichtung THR-S dargelegt wurden sind.

### 4.2.3 Biegemodulmessung an der $\text{Al}_2\text{O}_3$ Deckschicht

Für diese Zusammensetzung wurden die in Bild 4.17 ermittelten Spannungswerte bestimmt. Auch bei diesen Proben sind die Proben bei  $F = 22 - 25\text{N}$  gebrochen. Während der Untersuchung wurde der (116)-Peak von  $\text{Al}_2\text{O}_3$  vermessen, was einen höheren Fehler nach DIN zur Folge haben sollte. Allerdings ist der Fehler während der Messung nicht über  $\Delta\sigma = 50\text{MPa}$  angestiegen.

Bei diesen Proben ist ein absinken der Zugspannung während der Belastung aufgetreten, was allerdings nicht so sein dürfte beim bei dieser Belastungsrichtung. Aus REM-Aufnahmen konnte keine Aussage über den Grund dieses Verlaufes gefunden werden, da sich keine Risse auf der Probe gezeigt haben und auch keine Abplatzungen der Deckschicht zu erkennen waren.

Ein Grund für diesen Verlauf könnte aber auch die Unter dem  $\text{Al}_2\text{O}_3$  sich befindende TiCN Schicht seien. Diese Schicht könnte wie in dem vorherigen Abschnitt beschrieben gerissen sein und sich so die Zugspannungen der  $\text{Al}_2\text{O}_3$  Schicht mit höherer Belastung und größeren Rissen in dieser kompensieren könnten. Daher ist es möglich das die Beschichtung trotzdem weiterhin hält und noch nicht abgeplatzt ist.

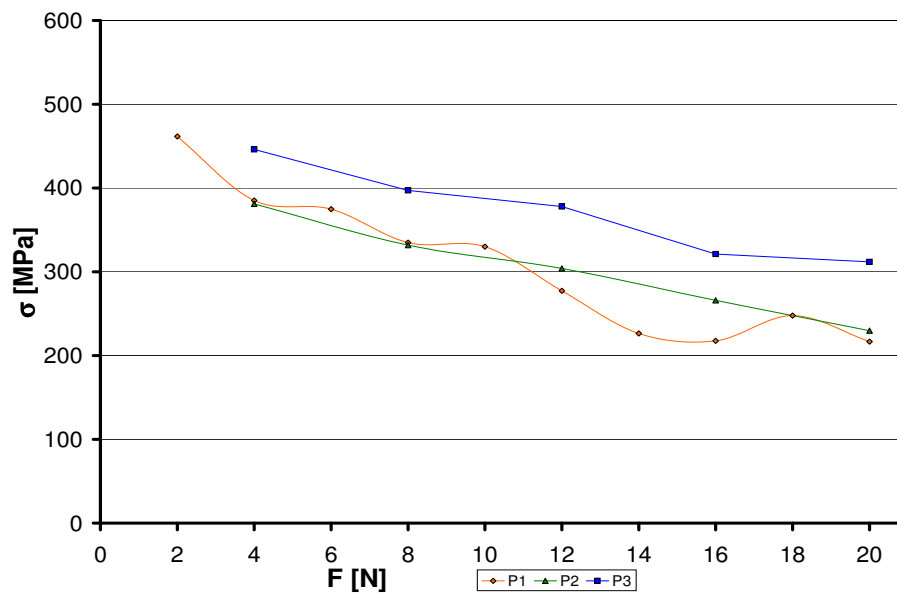


Bild 4.17: mittlerer Spannungsverlauf beim Belasten für SEKN EK

Zusammenfassend lässt sich feststellen, dass die Schichten aus TiCN und TiAlN unter einer Zugbelastung keine Spannungsänderung aufweisen, stattdessen Risse zeigen und nicht vom Grundmaterial abplatzen. Die Rissbreite reduzieren sich bei Entlastung wieder, allerdings bleiben die Risse in der Probe weiterhin erhalten. In der  $\text{Al}_2\text{O}_3$  Oberfläche haben sich diese Risse nicht gezeigt, was auf eine gerissene Zwischenschicht aus TiCN hinweist.

## 4.3 Spannungsgradientenbestimmung

Bei diesen Untersuchungen wurden Diffraktogramme mit einem festen Einstrahlwinkel aufgenommen und daraus jeweils ein Spannungswert aus der gemeinsamen Auswertung mehrerer Peaks einer Aufnahme bestimmt. Um auf die zugehörige Tiefe der erhaltenen Spannung zu kommen, wurde die Eindringtiefe (Abklingen auf 33% der Ausgangsintensität) der Röntgenstrahlung unter dem jeweiligen Einstrahlwinkel berechnet.

### 4.3.1 unbeschichtetes Hartmetallsubstrat

Für die ersten Untersuchungen der Gradienten wurde die geschliffenen Hartstoffgrundkörper aus WC untersucht. In diesen sollte sich die Gradienten in der Tiefe  $d$  auf den in 4.1.1 bestimmten konstanten Wert einstellen. Zusätzlich wurden diese Wendeschneidplatten (WSP) einer trockenstrahl Behandlung unterzogen um einen steileren Gradienten in einer größeren Tiefe der Probe zu erhalten.

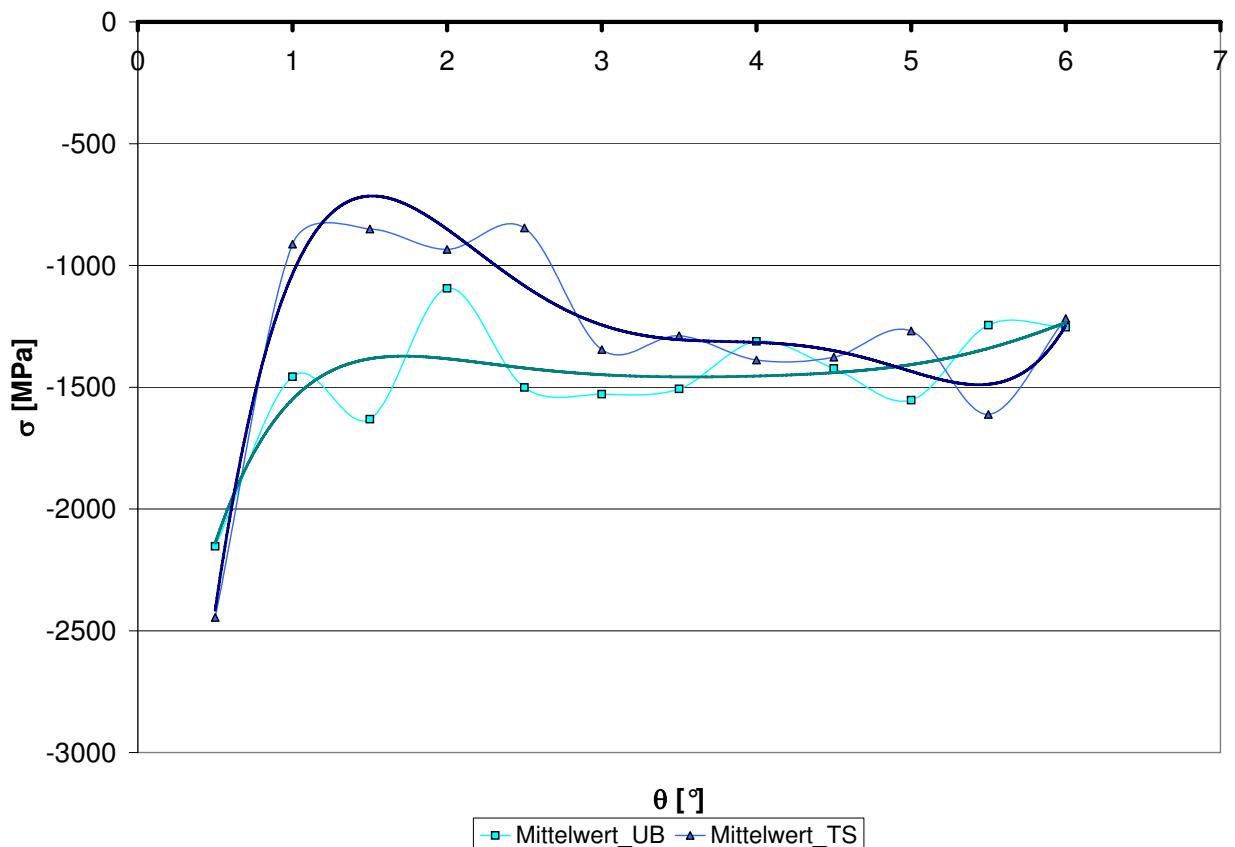


Bild 4.18: Gradientenmessung an dem unbeschichteten Hartmetallsubstrat mit polynomi-scher Regresionsfunktion

Um diese Analyse durchzuführen wurden die in den Diffraktogrammen 4.1 gemessenen Netzebenen (100), (101), (201), (112) und (211) für die Messung herangezogen. Von diesem Bereich der Netzebenen im Diffraktogramm wurden unter festen Einstrahlwinkeln das dazugehörige Beugungsspektrum aufgenommen. Während der Bestimmung der Spannungswerte mittels *Leptos6.0* kam es zu einem entscheidenden Problem bei dem Anfangs die Einstellung des Kristallsystems von WC nicht möglich war und die Ergebnisse auf ein kubisches anstatt auf ein hexagonales Gitter bezogen wurden sind, dies führte zu „illusorischen“ Spannungswerten die im Bereich von  $\sigma = -100\text{GPa}$  liegen.

Die Ergebnisse der, mit dem „richtigen“ Kristallgitter, korrigierten Spannungen sind im Diagramm 4.18 aufgetragen über den festen Einstrahlwinkel der Röntgenröhre. Zusätzlich sind die Spannungswerte über die Eindringtiefe der Röntgenstrahlung, bzw. Materialtiefe, im Diagramm 4.19 aufgetragen. Es sind jeweils die Mittelwerte aus den aufgenommenen Messkurven gebildet wurden und dargestellt. Aus diesem Diagramm ist abzulesen das die Druckspannung an der Oberfläche des Stoffes erhöht ist und innerhalb eines kleinen Werkstoffbereiches auf  $\sigma = -1500\text{MPa}$  abfällt und im weiteren Verlauf der Messung konstant bleibt. Im Vergleich

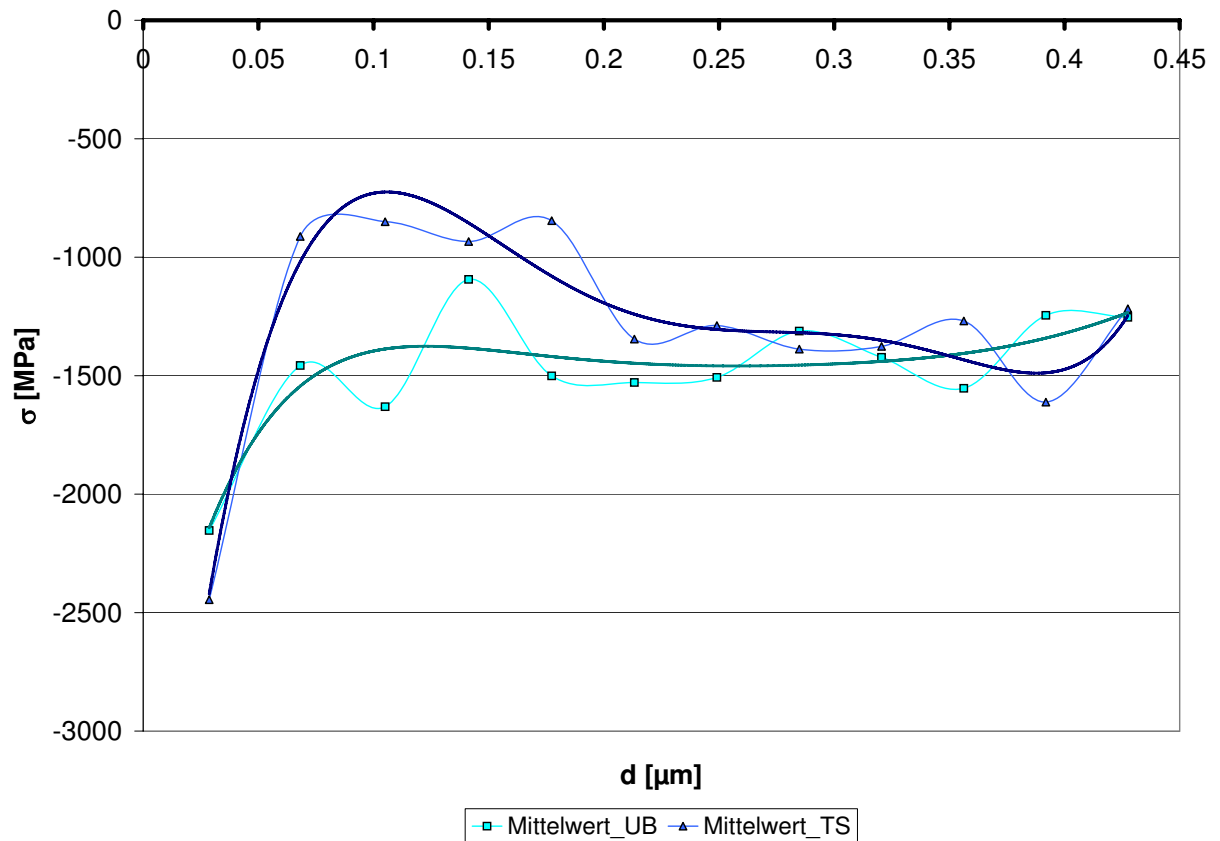


Bild 4.19: Gradientenmessung an dem unbeschichteten Hartmetallsubstrat aufgetragen über die Tiefe mit polynomischer Regresionsfunktion

zu den in den Voruntersuchungen bestimmten Spannungswert von  $-800\text{MPa}$  weicht der konstante Wert deutlich ab. Ein Grund für diese Abweichung könnte sein, dass die Spannungsmessung mit dem  $\sin^2\psi$ -Verfahren nur an einer Netzebene des WC stattfindet, wohingegen die Gradientenmessung für die Bestimmung des Spannungswertes mehrere Netzebenen verwendet. Bei diesen könnten auch verschiedene Spannungszustände zwischen den Peaks vorliegen, dies gibt auch den Fehlerbereich von  $\Delta\sigma_{GR} = 400\text{MPa}$  gegenüber dem  $\Delta\sigma_{\sin^2\psi} = 70\text{MPa}$  wieder.

Nach der Strahlbehandlung ist der Gradient in dem Werkstoffbereich unter der Oberfläche wesentlich steiler, bis er auf einen Wert von  $\sigma = -800\text{MPa}$  fällt und in der Tiefe der Probe steigt er wieder auf einen Wert von  $\sigma = -1500\text{MPa}$  an. Der Fehler der Kurve im ersten Bereich der Probe beträgt circa  $\Delta\sigma_{GR} = 500\text{MPa}$  und sinkt mit größerer Tiefe auf  $\Delta\sigma_{GR} = 400\text{MPa}$ . Für die unmittelbare Probenoberfläche ist ein Anstieg der Druckspannungen durch die Belastung als normal anzusehen. Anderenfalls ist aber ein Abfall dieser bei  $d = 0,1\mu\text{m}$  auf nur noch  $\sigma_{GR} = -1000\text{MPa}$  dadurch zu erklären, dass durch die Behandlung Fehlstellen aktiviert werden und diese in ihrem Umfeld einen gewissen Ausgleich des Span-

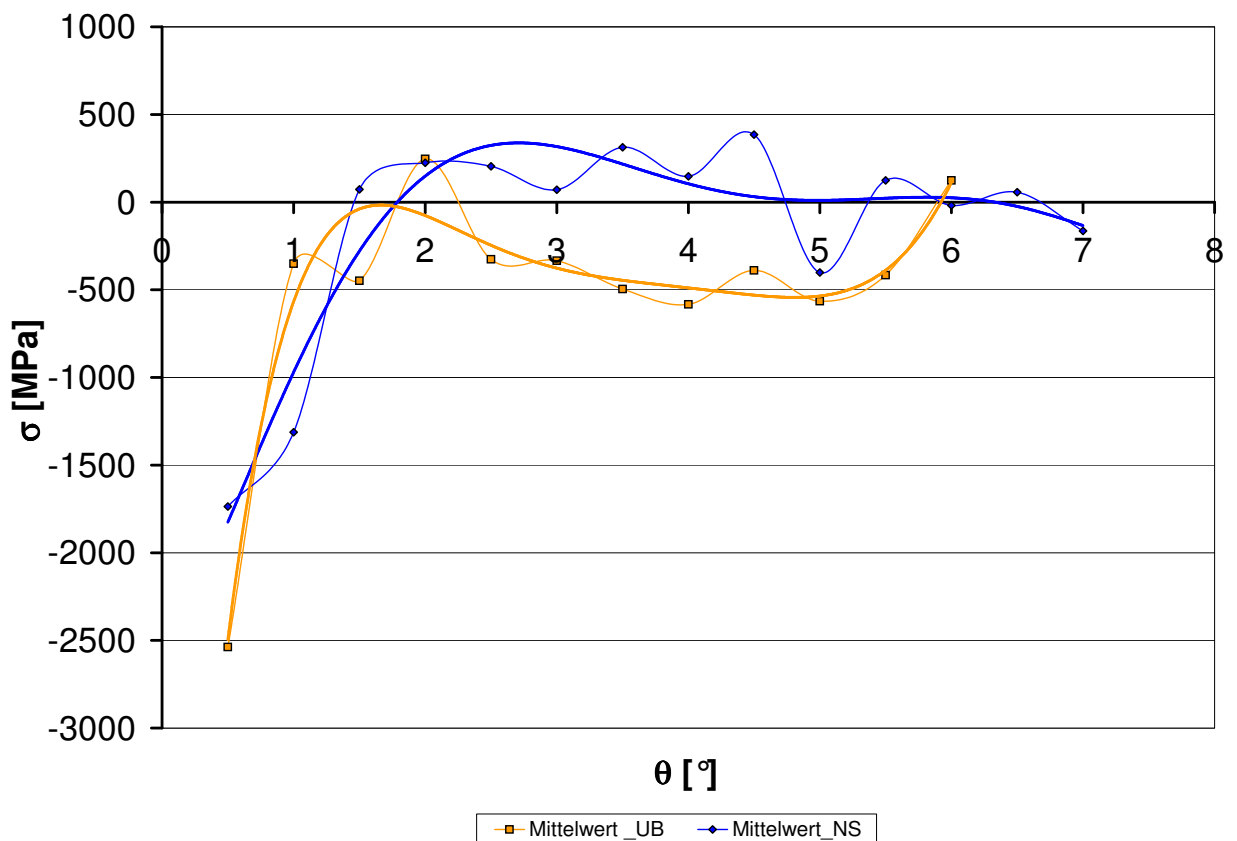


Bild 4.20: Gradientenmessung an THR-S mit polynomischer Regresionsfunktion

nungszustandes bewirken, der aber ab einer Tiefe von  $d = 0,3\mu\text{m}$  sich nicht mehr Auswirkt und die Normalspannungen zwischen den unbehandelten und behandelten Zustand wieder gleich groß werden.

### 4.3.2 THR-S

Im Verlauf werden nun Untersuchungen an den beschichteten Hartstoffsubstrat durchgeführt. Als erstes wird die per PVD Verfahren aufgetragene TiAlN Schicht betrachtet, bei der aus dem Diffraktogramm 4.3 die Peaks (200), (220), (331), (420) und (422) für die Spannungsgradientenmessung an TiAlN ausgewählt wurden sind. Wie auch in dem vorherigen Abschnitt sind die Resultate der Messungen einerseits über den Einstrahlwinkel (Bild 4.20) und andererseits über die Eindringtiefe (Bild 4.21) dargestellt. Aus dem geringeren Abschwächungskoeffizienten für das System TiAlN gegenüber WC ergab sich bei diesen Proben eine größere zu erreichende Tiefe bei den Messungen.

Der erhaltene Spannungsverlauf gibt einen steileren Gradienten in der unbehandelten Probe wieder als er in den behandelten Proben zu beobachten ist. Das sich einstellen von einem

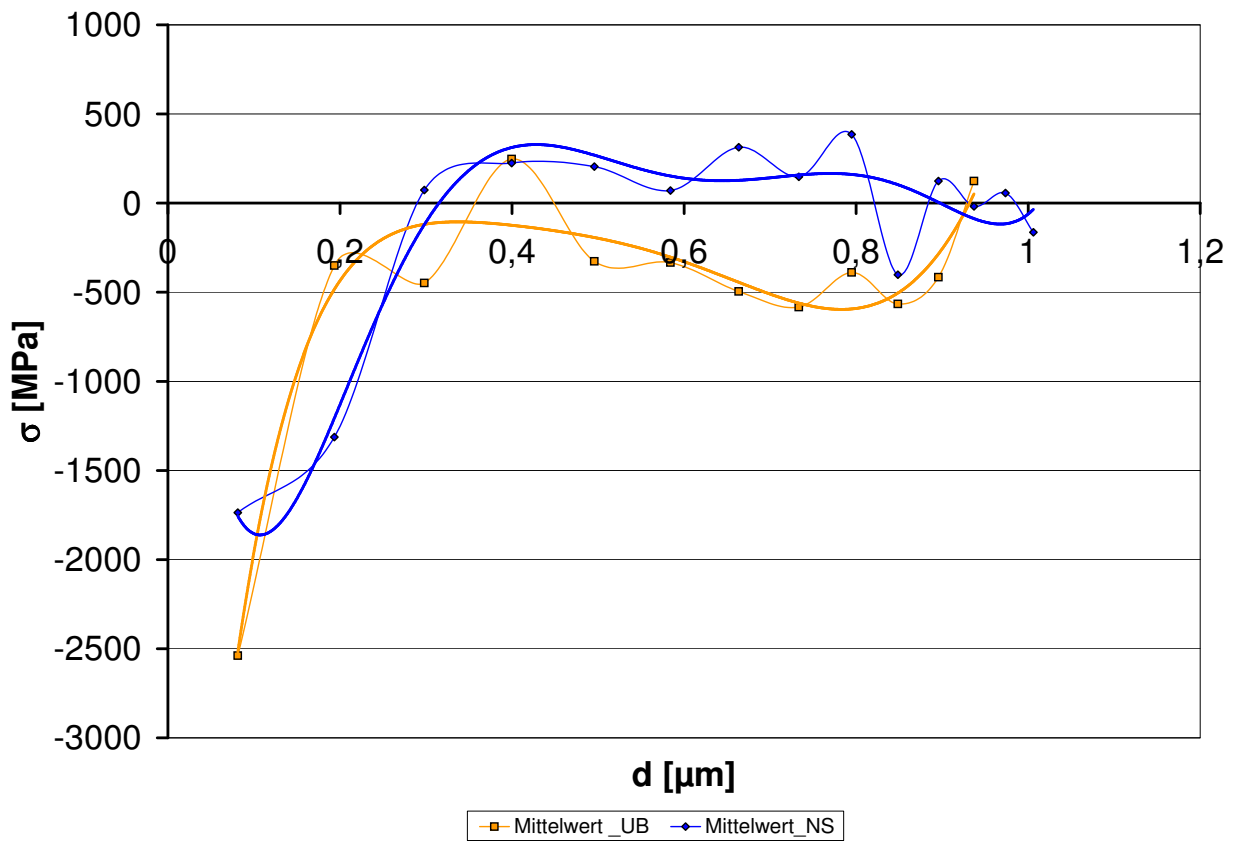


Bild 4.21: Gradientenmessung an THR-S aufgetragen über die Tiefe mit polynomischer Regressionsfunktion

Druckspannungswert non circa  $500\text{MPa}$  für die unbehandelte Probe spiegelt in etwa auch den erhaltenen Spannungswert von dem  $\sin^2\psi$  Verfahren wieder, insbesondere wenn der Fehler bei den Gradientenmessungen von  $\pm 300\text{MPa}$  berücksichtigt wird. In dem Verlauf der behandelten Proben zeigt sich das die Oberfläche wie in Bild 4.14 dargestellt, durch die Behandlung und einer nur  $d = 3\mu\text{m}$  Schichtdicke, Risse bekommen hat. Durch diese Schichtdicke kann die Wirkung der Behandlung bis in das Grundmaterial hinein gehen. Ergebnis dieser Oberflächenstruktur und Behandlungswirkung kann ein Ausgleich der Spannungen über die verschiedenen gemessenen Netzebenen hinweg seien. Es hat sich auch gezeigt das in dem  $\sin^2\psi$  Verfahren eine Richtungsabhängigkeit der erhaltenen Messwerte für den dreiachsigen Zustand gibt. Bei weiteren Untersuchungen wurde die Möglichkeit der Richtungsabhängigkeit jener Spannungen betrachtet. Dabei hat sich in den verschiedenen Richtungen keine Veränderung des Spannungsverlaufes ergeben. Somit lässt sich sagen das die Spannungen an der Oberfläche der Beschichtung maximal ist und in der Tiefe abnimmt, dies bis auf  $\sigma = 0\text{MPa}$  im behandelten Zustand.

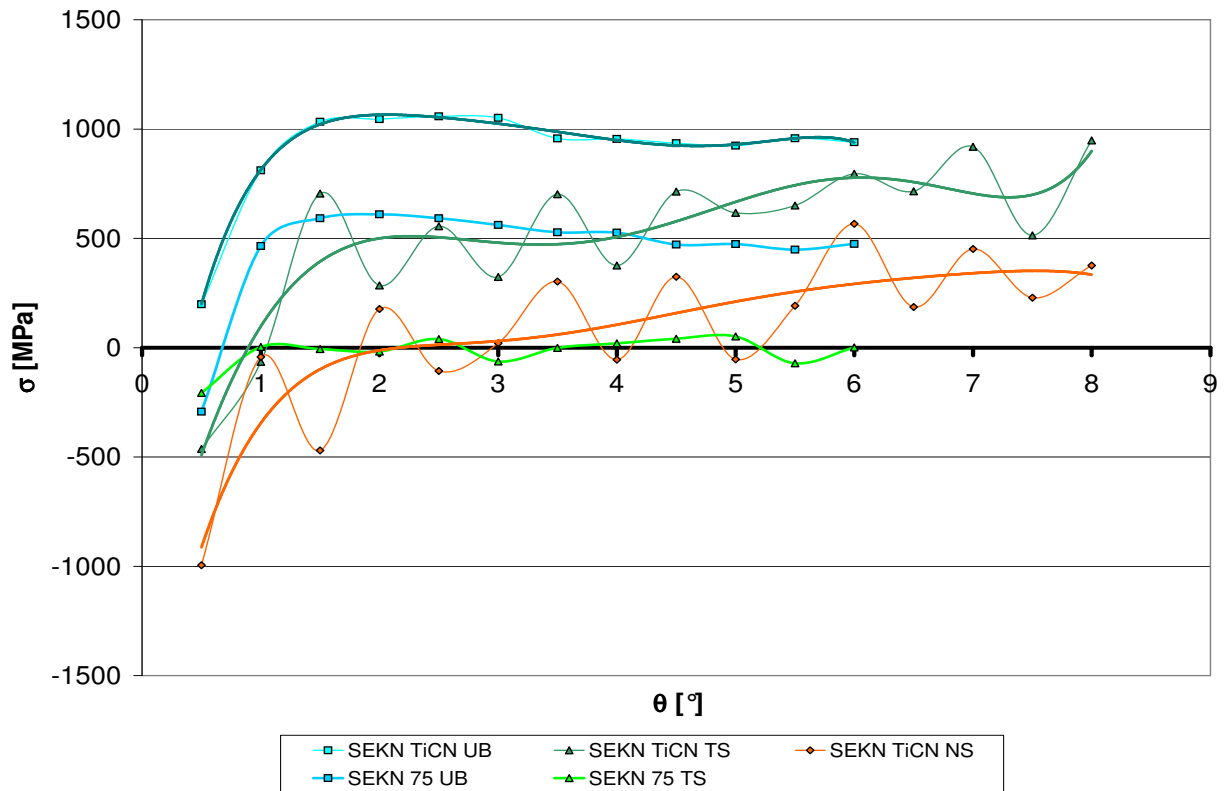


Bild 4.22: Gradientenmessung an SEKN TiCN und SEKN 75 mit polynomischer Regresionsfunktion

### 4.3.3 Gradientenmessung an den TiCN-Oberflächen

In diesem Abschnitt werden die Proben mit der TiCN Oberflächenschicht untersucht bei denen die SEKN TiCN eine  $d = 10\mu m$  Dicke Schicht auf WC-Substrat. Bei den SEKN 75 Proben ist die Schicht  $d = 4\mu m$  dick und auf ein Schichtsystem mit  $Al_2O_3$  als darunter liegendes Material (siehe Bild A.4. Während der Messungen wurden dieselben fünf Netzebenen bei beiden Materialsystemen untersucht, diese waren wie in Bild 4.5 und 4.9 zuerkennen sind die Peaks (200), (220), (331), (420) und (422).

Die erhaltenen Verläufe für die Normalspannung sind in Diagramm 4.22 und 4.23 dargestellt. Innerhalb der Unbehandelten Proben sind die Verläufe der Spannung gleich, wenn man die Verschiebung um  $\sigma = 300 - 400 MPa$  nicht betrachtet. Bei dem Verlauf ist der Anstieg der Zugspannung im oberflächenahen Bereich mit den Spannungen in der Schicht zu finden. Der Unterschied in der gröÙe der gemessenen Spannung ist in dem unterschiedlichen Verhältnis von TiC/TiN zu finden, da die Spannungen bei einem Verhältnis von circa 1:1 wie es in SEKN TiCN der Fall ist größer in der Elementarzelle sind.



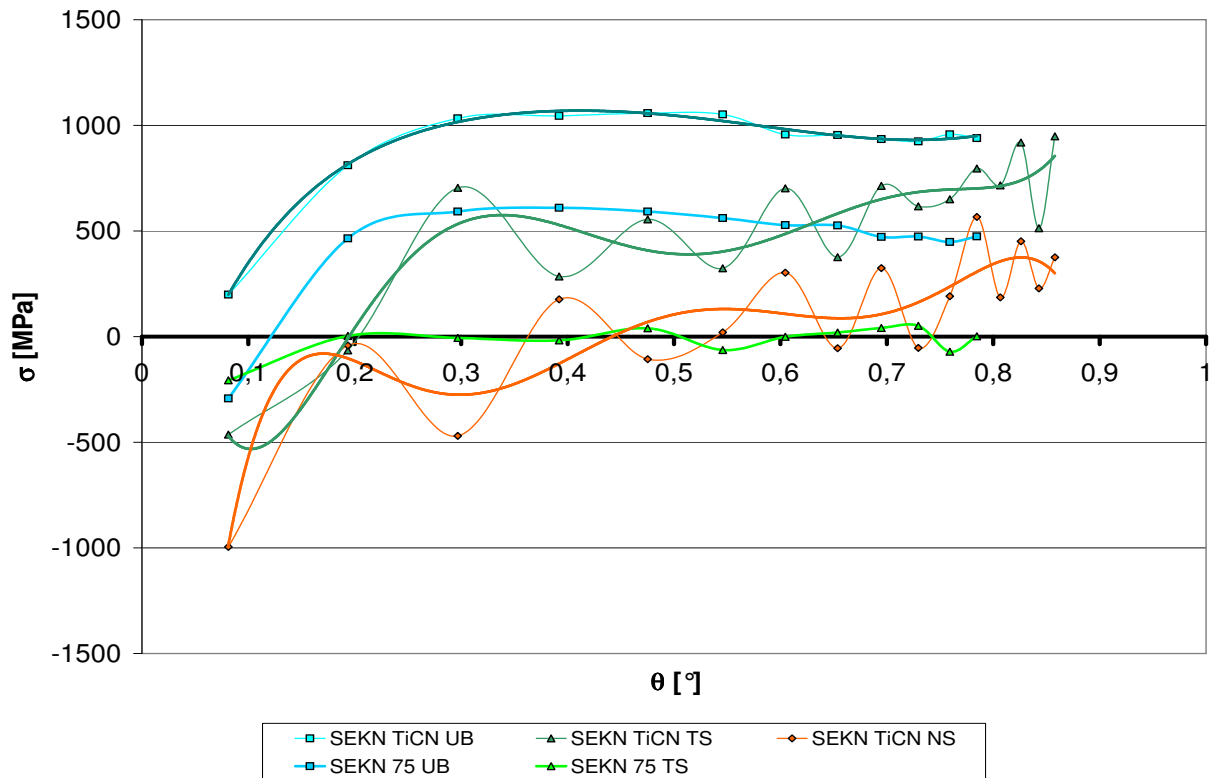


Bild 4.23: Gradientenmessung an SEKN TiCN und SEKN 75 aufgetragen über die Tiefe mit polynomialer Regresionsfunktion

Eine Absenkung der Schichtspannung bei einer Behandlung ist in den Ausgleichskurven gut zu erkennen, insbesondere dass die Kurven jeweils um  $500\text{MPa}$  mit dem Trockenstrahlen und um  $1000\text{MPa}$  abgesunken sind. Eine solche Verschiebung ist sehr gut mit der Druckeinwirkung des Strahlmittels zu begründen und dass der Einwirkungsbereich von diesem circa  $d = 1\mu\text{m}$  ist. Unterhalb dieses Wirkungsbereiches ist die Spannung wieder auf das Niveau der unbehandelten Schicht angestiegen. Besonderer Betrachtung bedarf der zyklische Verlauf innerhalb der trocken und nass gestrahlten Proben. Um auszuschließen, dass es Texturen in der Schicht gibt, wurden an den Proben jeweils Messungen in verschiedene Richtungen durchgeführt und es ergaben sich immer die selben Diffraktogramme, bei denen nicht einmal ein Absinken der Intensität eines Peaks während einer Messung aufgetreten ist. Somit ist diese Schwankung nur auf eine mögliche nicht völlig plane Oberfläche der Probe zurückzuführen, bei der es unter den verschiedenen Einstrahlwinkeln zu unterschiedlichen Beugungen der Strahlung in der Oberfläche gekommen sein kann.

Problematisch ist auch hier wieder anzusehen, dass die Spannungswerte des  $\sin^2\psi$ -Verfahrens mit denen der Spannungen in der Tiefe der Probe stark differieren. Wie auch in der vorherigen Schicht ist der Wert für die Spannung nicht eindeutig zuzuordnen, ob er in der Mitte des Gradienten oder im Maximum der Spannung liegt.

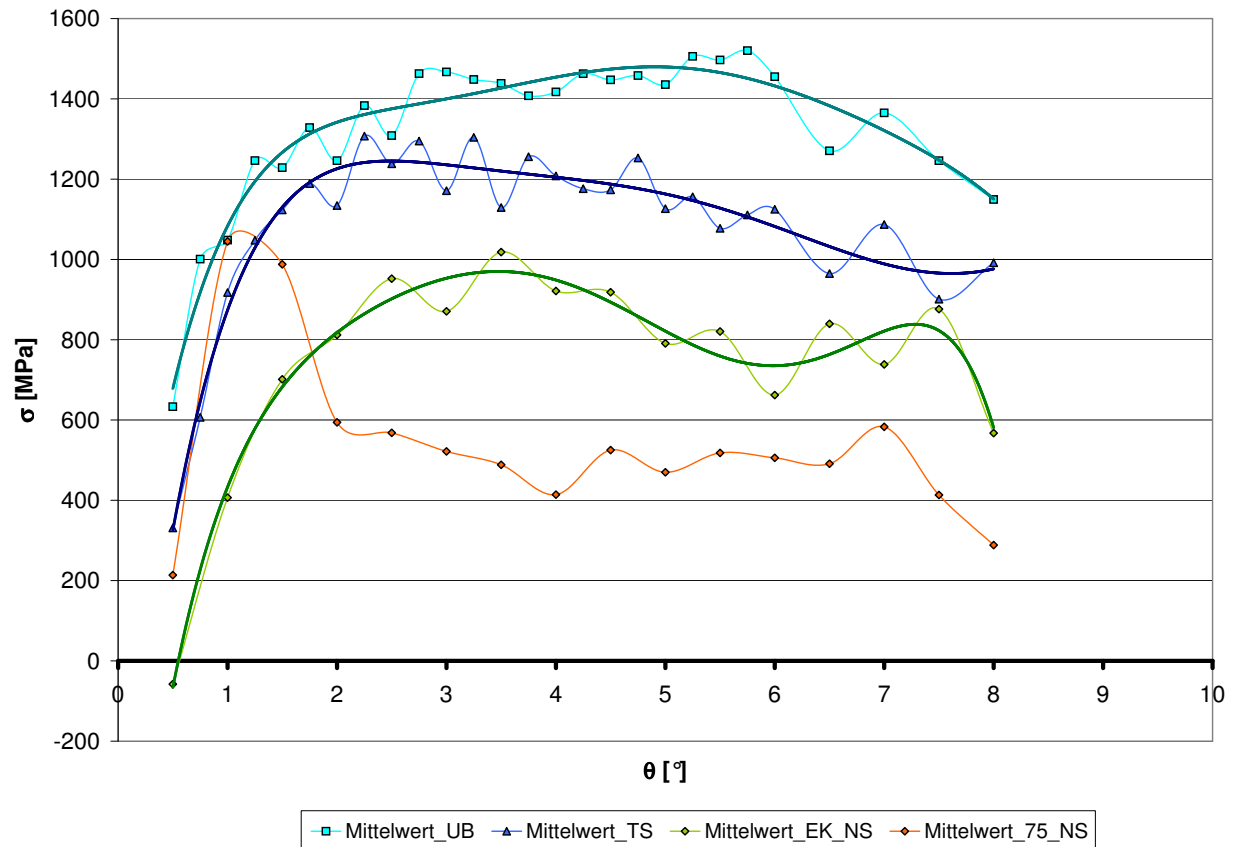


Bild 4.24: Gradientenmessung an SEKN EK und SEKN 75 NS mit polynomischer Regressionsfunktion

#### 4.3.4 Gradientenmessung an den $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Oberflächen

Während der letzten Untersuchungen sind die Oberflächen von  $\text{Al}_2\text{O}_3$  auf Gradienten hin betrachtet wurden. Hierfür sind die Netzebenen (113), (20-4), (116), (214) und (208) für die Messung ausgewählt wurden. Bei den Oberflächen handelt es sich in jedem Fall um eine  $d = 10\mu\text{m}$  dicke Schicht, die bei SEKN EK vor und nach der Behandlung direkt vorgelegen hat. Die andere betrachtete Schicht ist bei SEKN 75 nach dem Nassstrahlen zugänglich geworden, vorher war diese durch eine circa  $d = 4\mu\text{m}$  dicke TiCN-Schicht bedeckt und konnte bei flachen Einstrahlwinkel durch die Schwächung in TiCN nicht untersucht werden (siehe A.5). Der nötige Winkel beträgt mindestens  $\theta = 17^\circ$ , für diese Einstrahlwinkel ist die verwendete Methode nicht mehr anwendbar.

In den Diagrammen 4.24 und 4.25 sind die jeweiligen ermittelten Spannungen aufgetragen. Auffällig ist dabei die starke Verschiebung der Kurven zwischen dem linearen Auftrag gegenüber dem Einstrahlwinkel und der dazugehörigen Eindringtiefe. Diese ist bei  $\text{Al}_2\text{O}_3$  relativ hoch und lässt somit eine gute Aussage über größere Tiefenbereich der Probe zu. Ähnlich wie

in den vorangegangenen Schichten ist der Verlauf der Kurven mit einem von der Oberfläche ausgehenden Anstieg der Zugspannung verbunden. Der sich im weiteren Verlauf über ein Maximum hinweg zu einem „quasi“ Konstanten Spannungswert entwickelt. Außerdem sind sehr gut die Belastungseinflüsse der Behandlung zu erkennen, in dem sich die Werte jeweils um circa  $200\text{MPa}$  reduziert haben.

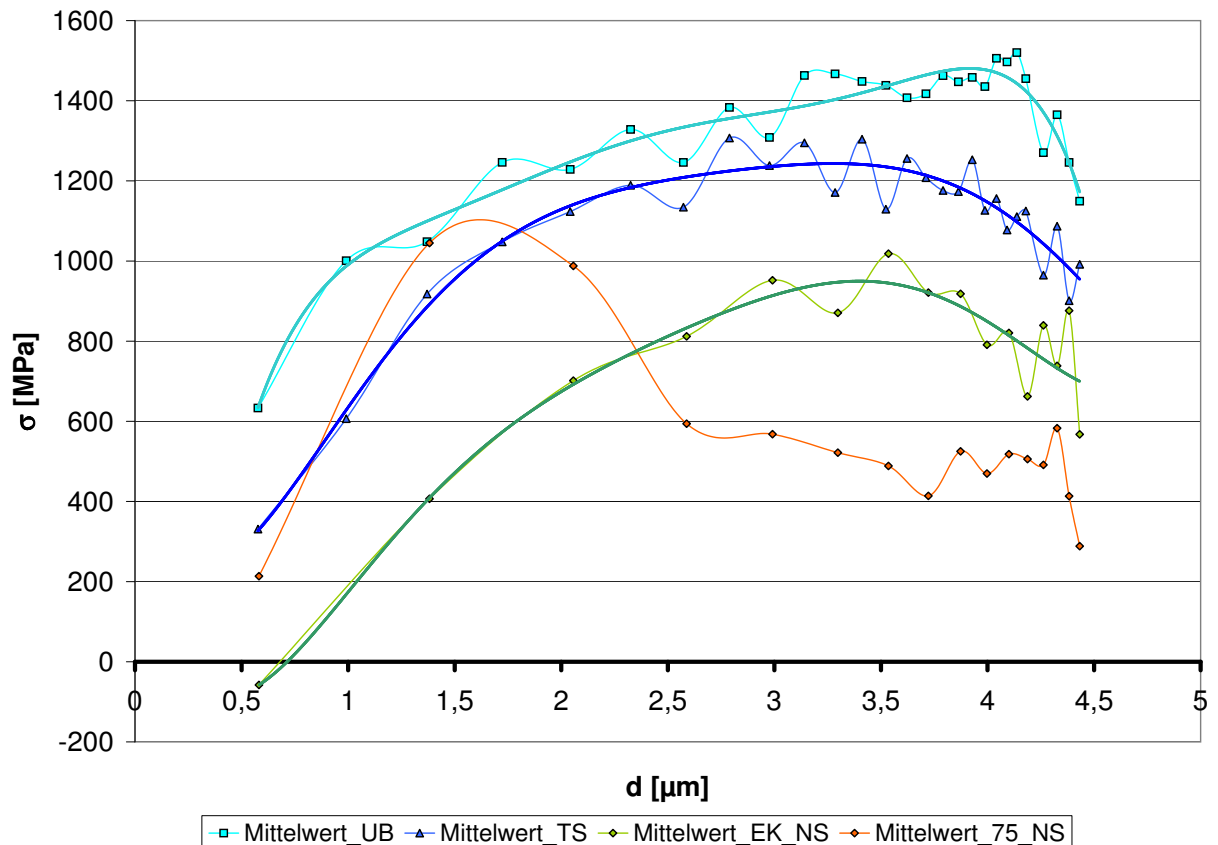


Bild 4.25: Gradientenmessung an SEKN EK und SEKN 75 NSaufgetragen über die Tiefe mit polynomischer Regresionsfunktion

Deutlich unterschiedlicher zu den vorhergehenden Schichten ist der Gradient nahe der Oberfläche bei diesen Proben flacher ist und dessen Verlauf in dem Bereich bis  $d = 3\mu\text{m}$  relativ Konstant ist. Im weiteren Verlauf fangen wie auch schon bei den TiCN Schichten zu beobachten war die Schwankung um eine polynomische Funktion 6.Grades herum an. Dies ist auf die schwierige Trennung der Spannung in den Diffraktogrammen und der dazugehörigen Tiefe, insbesondere das die Spannungen der darüberliegenden Bereiche mit in die Spannungswertberechnung einfließen. Im Ergebnis lässt sich sagen das die Gradienten ab einem Einstrahlwinkel von  $\theta = 5^\circ$  für die Interpretation unsicher werden, da in diesen die Spannungen von mehr als nur einer Schicht eine Auswirkung auf die Betrachtung haben.

Im Quervergleich zwischen den Proben SEKN EK-NS und SEKN 75-NS zeigt sich ein deutlich steilerer Gradient in den SEKN 75-NS Proben im Gegensatz zu den SEKN EK-NS. Das Maximum des Spannungsverlaufes in der mit TiCN verdeckt gestrahlten Oberfläche ist mit dem des Wertes der unbehandelten  $\text{Al}_2\text{O}_3$  Schicht gleich. Dies kann auf eine bessere Druckverteilung und geringere Tiefenwirkung während des Strahlens zurückgeführt werden, bei dem dadurch die Oberfläche einen nicht so starken Spannungsabfall erlebt als wie es bei der direkt gestrahlten Oberfläche ist.

Aus Sicht des Anwenders ist der in der Tiefe vorliegende Spannungswert von Interesse, da sich die Oberfläche während des Schneidprozesses schnell abträgt und der sich dann einstellende Spannungsgradient während des Schneideneingriffes von Bedeutung ist. Folglich ist der niedrigere Wert für die Zugspannung in SEKN 75-NS vorteilhaft. Grund dafür ist das sich während des Schneideneingriffes Zugspannungen auftreten, die durch einen niedrigeren Zugspannungswert in der Probe ein späteres Versagen im Prozess vorhersagen lassen.

## 5 Schlussbemerkungen und Ausblick

In der vorliegenden Arbeit wurde im ersten Teil der Verlauf von Eigenspannungen auf ein System von Hartstoffschichten unter Belastung mit einem Biegemodul untersucht. Der zweite Teil beschäftigt sich mit Untersuchungen von Eigenspannungsgradienten in denselben Schichtsystem von Hartstoffen wie es mit dem Biegemodul gemacht wurde, wohingegen die Proben noch einer weiteren Nachträglichen Behandlung mittels Strahlbehandlung unterzogen wurden ist. Das untersuchte Materialsystem betrifft die Hartstoffe TiCN, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> und TiAlN, welche als Schichten auf WC abgeschieden wurden sind.

Problematisch war das bei den TiAlN-Schichten an den (200)- Netzebenen und bei Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Schichten an der (116)-Netzebene gemessen werden musste wegen zu der geringen Intensitäten und Peaküberlagerungen, was nach DIN- Entwurf 15305 wegen des kleinen Beugungswinkels nicht empfohlen wird. Es ergaben sich aber während der Messungen keine größeren Fehlerbreiten als an den mit TiCN beschichteten Proben. Als erstes Ergebnis wurde festgestellt das die Biegeproben während er Belastung keine Spannungsveränderung aufgewiesen haben. Dies ist auf eine Struktur von Rissen in der Beschichtung zurückzuführen welche bei REM Aufnahmen unter Belastung bestätigt werden konnten. Somit lässt sich wie erwartet feststellen das die Schichten für eine Zugbelastung nicht geeignet sind und nur noch durch das Grundmaterial zusammengehalten werden.

Der zweite Teil hat mit der Analyse von Gradienten der Normalspannungen mit der Tiefe der Probe zu tun. Die Ermittlung der Eigenspannungsgradienten erfolgte röntgenographisch durch die Dünnschichtmessung und einer Auswertung der Peaks mittels der der Methode „multiple hkl“ in dem Programm *Leptos6.0 von Bruker*. Es wurde nachgewiesen das alle untersuchten Proben einen solchen Gradienten in der Oberfläche aufweisen, dieser sich allerdings über sehr verschieden große Bereiche in der Beschichtung ausdehnt ehe er in einem konstanten Wert ausläuft. So ergaben sich für WC Gradienten nur in einem Tiefenbereich bis  $d = 0,1\mu m$ , wohingegen der Gradient für Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bis in eine Tiefe von  $d = 3\mu m$  nachzuweisen ist und im Anschluss der Spannungswert sogar wieder leicht fällt.

Im Anschluss wurden die Proben trocken gestrahlt oder nass gestrahlt, um andere oberflächennahe Eigenspannungsgradienten einzustellen. Erwartungsgemäß kam es dabei in den Schichten zu einer Verschiebung des, mit dem  $\sin^2\psi$ -Verfahrens bestimmten, Spannungs-

wertes aus dem Zugspannungsbereich in Richtung des Druckspannungsbereiches. Des weiteren ergab sich eine Verschiebung des Spannungsgradienten während der Behandlung. In den  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Schichten wurde die Ausdehnung des Gradienten in eine größere Probentiefe registriert, bei der der Verlauf des Gradienten noch steiler wird. Grund für diese Veränderung ist in der Art der Strahlbehandlung zu suchen bei der das Strahlmittel eine Druckbelastung auf das Werkstück ausübt und somit die Zugeigenspannungen sich aufheben und sogar umkehren können, was allerdings nicht bis in größere Probentiefen von mehr als  $d = 3\mu\text{m}$  sich auswirkt. Dahingegen ist in den anderen Proben die Verschiebung des Bereiches der Einwirkung des Gradienten nicht vergrößert. Es haben sich bei den TiCN-Schichten die Gradienten nur in ihrer Lage aber nicht in ihrem Verlauf geändert, somit sind die Verläufe in Richtung von Druckspannungen verschoben, dies ist wieder auf den Einflussbereich der Strahlbehandlung zurückzuführen. Besonderes aufgefallen ist das die Schicht TiCN auf  $\text{Al}_2\text{O}_3$  beim Nassstrahlen abgeplatzt ist und die so entstandene Oberfläche einen anderen viel steileren Anstieg der Spannung in der Oberfläche bis in eine Tiefe von  $d = 1\mu\text{m}$  aufweist und im Anschluss wieder auf einen niedrigeren konstanten Zugspannungswert abfällt als wenn die „nackte“  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Beschichtung behandelt wurden ist. Aus den Untersuchungen des Hartmetallsubstrates und der TiAlN Schicht zeigt sich das der Gradient in der Oberfläche steiler geworden ist und der Wert auf den sich die Spannung in der Tiefe einstellt nicht geändert hat.

Zusammenfassend lässt sich feststellen das die Messung von Normalspannungsgradienten in der Oberfläche von Hartstoffen möglich ist. Allerdings diese Verläufe unterscheiden sich in ihrer Höhe des Spannungswertes im konstanten Bereiches in der Tiefe der Probe von denen des mit dem  $\sin^2\psi$ -Verfahrens bestimmten Wertes um circa  $\sigma = 300\text{MPa}$ . Es zeigte sich das die Werte des  $\sin^2\psi$ -Verfahrens in der Mitte des Gradientenverlaufes liegen.

Zukünftig sollte die Untersuchung des Biegemoduls vorrangig an kompakten Proben und nicht an Schichten, die sehr spröde sind, durchgeführt werden. Diese Werkstoffe sollten dahingegen vorrangig auf eine Druckbelastung hin für einen Spannungsverlauf untersucht werden. Im der vorliegenden Arbeit wurden im Wesentlichen die Eigenspannungsgradienten betrachtet. Weitere Untersuchungen müssen klären, ob diese Methode auch für dünnere Schichten eingesetzt werden kann und ob an diesen auch die Spannungen an verschiedenen Schichten gemessen werden kann. Diese Bestimmung ist limitiert durch den maximalen Einstrahlwinkel von  $\theta = 10^\circ$  und der Eindringtiefe der Röntgenstrahlung in das jeweilige Material. Durch das Problem der Positionierung der Probe, der Rautiefe und die langen Messzeiten für kleine Einstahlwinkel von unter  $\theta \leq 0,5^\circ$ , ist die Aussagekraft der Messwerte für noch kleinere Probentiefen nicht gesichert, da in diesem Bereich auch die Intensität des erhaltenen Spektrums sehr klein wird. Für zukünftige Untersuchungen ist die Bestimmung des Spannungsgradienten für Schichtdicken bis  $d = 5\mu\text{m}$  in Abhängigkeit von der Eindringtiefe der Röntgenstrahlung mit relativ geringen Aufwand möglich ist.

# Literaturverzeichnis

- [1] MAYRHOFER, P. H. ; HÖRLING, A. ; KARLSSON, L.: Self-organized nanostructures in the Ti-Al-N system. In: *Applied Physics Letters* 83 (2003), Nr. 10, S. 2049–2051
- [2] WIKLUND, U. ; GUNNARS, J. ; HOGMARK, S.: Influence of residual stresses on fracture and delamination of thin hard coatings. In: *WEAR* 232 (1999), S. 262–269
- [3] SCHOLTES, B.: *Eigenspannungen in mechanisch verformten Werkstoffzuständen - Ursachen, Ermittlung und Bewertung*. Oberursel : DGM Informationsgesellschaft mbH, 1990 (1). – ISBN 3-88355-170-8
- [4] HAUKE, V.: *Nikolin, H.-J.: The Evaluation of the Distribution of Residual Stress of the I. Kind (RS I) and of the II. Kind in Textured Materials*. 1988 (Textures and Microstructure 8 and 9)
- [5] DANTZ, D.: *Eigenspannungen in mikrowellengesinterten Ni/8Y-ZrO<sub>2</sub> und NiCr8020/8Y-ZrO<sub>2</sub> Gradientenwerkstoffen*, Diss., 2000
- [6] GENZEL, C.: *Entwicklung eines Mess- und Auswerteverfahrens zur röntgenographischen Analyse des Eigenspannungszustandes im Oberflächenbereich vielkristalliner Werkstoffe*, Diss., 1999
- [7] WITHERS, P. J. ; WEBSTER, P. J.: Neutron and Synchrotron X-ray Strain Scanning. In: *Strain* 37 (2001), Nr. 1, S. 19–33
- [8] HOSCHKE, B.: *Der Einfluss von voreingestellten Eigenspannungszuständen auf das Verschleißverhalten von beschichteten Hartmetallwerkzeugen*, TU Ilmenau, Fak. Maschinenbau, Diplomarbeit, 2005
- [9] GLOCKNER, R.: Einfluß einer elastischen Anisotropie auf die röntgenographische Messung von Spannungen. In: *Z. tech. Phys.* 19 (1938), S. 289–293
- [10] NOBRE, J. P.: Comparative Analysis of shot-peening residual stresses using hole-drilling and X-Ray diffraction methods. In: *Mat. Sci. For.* (2000), S. 347–349
- [11] SCHEDLER, W.: *Hartmetall für den Praktiker*. 1. Düsseldorf : VDI-Verlag, 1988. – 558 S. – ISBN 3-18-400803-7

- [12] W., Schatt ; P., Wieters K.: *Pulvermetallurgie*. Düsseldorf ISBN 3-18-401343 : VDI-Verlag, 1994 (1)
- [13] BUNSHAH, R. F.: *Handbook of Hard Coatings*. 1. New Jersey, USA : Noyes Publications, 2001. – 550 S. – ISBN 0-8155-1438-7
- [14] Zerstörungsfreie Prüfung - Röntgendiffraktometrisches Prüfverfahren zur Ermittlung der Eigenspannungen. In: *Deutsche Norm (Entwurf) DIN 15305* (2005), S. 1-86
- [15] NITZSCHE, K.: *Schichtmesstechnik*. 1. Würzburg : Vogel Buchverlag, 1997. – 502 S. – ISBN 3-8023-1530-8
- [16] SCHAT, W. ; WORCH, H.: *Werkstoffwissenschaft*. 9. Darmstadt : Wiley-VCH, 2002. – 564 S. – ISBN 3-527-30535-1
- [17] WESTPHAL, H. ; BERG, H. van d. ; SOTTKE, V.: Neue Oxid-Composite Beschichtung für schwierige Zerspanaufgaben. In: *15<sup>th</sup> International Plansee Seminar* (2001), S. 362-371
- [18] KLEINJANS, M. ; SCJLATTMEIER, H. ; KLOCKE, F.: Potentiale der Randzonenoptimierung bei der Aufbereitung von Hartmetallwälzfräsern. In: *RWTH Aachen* 1 (2003), Nr. 46
- [19] REINECKE, S.: *Eigenschaftsoptimierte Zerspanungswerkzeuge*, TU Ilmenau, Diplomarbeit, 2004. – 86-87 S.
- [20] FREY, H. ; KIENEL, G.: *Dünnschichttechnologie*. 1. Düsseldorf : VDI Verlag, 1987. – 691 S. – ISBN 3-18-4000670-0
- [21] WIEDEMANN, R.: Residual Stresses in Coated Materials. In: *Mechanical Behavior of PVD Coated Materials* (1998), S. 65-76
- [22] INTERNETQUELLE: URL <http://www.goodfellow.com/csp/active/STATIC/G/Wolframcarbide-Cobalt.H.TML>, Diss., letzter Zugriff: 08.03.2006
- [23] MACHERAUCH, E.: *Praktikum Werkstoffkunde*. 10. Braunschweig : Vieweg, 1992. – 439 S. – ISBN 3-528-93306-2
- [24] TIETZ, H.-D.: Entstehung und Einteilung von Eigenspannungen in Werkstoffen. In: *Neue Hütte* 25 (1980), S. 371-377
- [25] MACHERAUCH, E. ; WOHLFAHRT, H. ; WOLFSTIEG, U.: Zur zweckmäßigen Definition von Eigenspannungen. In: *Härtereitech. Mitt.* 25 (1973), Nr. 3, S. 201-211
- [26] HAUKE, V.: Evaluation of deformation residual stresses caused by uniaxial plastic strain of ferritic-austenitic steels. In: *Z. Metallkunde* 81 (1990), S. 556-569



- [27] HAUKE, V.: *Structural and Residual Stress Analysis by Nondestructive Methods*. Amsterdam : Elsevier, 1997
- [28] NOYAN, I. C. ; COHEN, J. B.: *Residual Stress, Measurement by Diffraction and Interpretation*. New York : Springer Verlag, 1987 (1)
- [29] GREINER, W.: *Mechanik. Theoretische Physik*. 2. Harri Deutsch. Frankfurt am Main, 1989 (2)
- [30] STICKFORTH, J.: Über den Zusammenhang zwischen röntgenographischer Gitter-dehnung und den makroskopischen elastischen Spannungen. In: *Techn. Mitt. Krupp Forsch. Ber* 24 (1966), S. 89–102
- [31] EVENSCHOR, P. D. ; HAUKE, V.: Über nichtlineare Netzebenenabstandsverteilungen bei röntgenographischen Dehnungsmessungen. In: *Z. Metallkd* 74 (1975), S. 167–168
- [32] REUSS, A.: Berechnung der Fließgrenze von Mischkristallen auf Grund der Plastizitätsbedingungen für Einkristalle. In: *Zeitschrift f. angew. Math. u. Mech.* 9 (1929), S. 49–58
- [33] ESHELBY, J. D.: The Determination of the Elastic Field of an Ellipsoidal Inclusion and Related Problems. In: *Proc. Roy. Soc. London* 241 (1957), S. 376–396
- [34] KRÖNER, E.: Berechnung der elastischen Konstanten des Vielkristalls aus den Konstanten des Einkristalls. In: *Zeitschrift f. Physik* 151 (1958), S. 504–518
- [35] VOIGT, W.: *Lehrbuch der Kristallphysik*. Berlin / Leipzig : Teubner, 1928 (1)
- [36] SPIESS, L. ; SCHWARZER, R. ; BEHNKEN, H. ; TEICHERT, G.: *Moderne Röntgenbeugung - Röntgendiffraktometrie für Materialwissenschaftler, Physiker und Chemiker*. 1. Wiesbaden : Teubner-Verlag, 2005. – 300–305 S. – ISBN 3–519–00522–0
- [37] MURA, T.: *Micromechanics of Defects in Solids*. Dordrecht : Kluwer, 1987
- [38] HANABUSA, T. ; NISHIOKA, K. ; FUJIWARA, H.: Criterion for the Triaxial X-Ray Residual Stress Analysis. In: *Z. Metallkd.* 74 (1983), S. 307–313
- [39] BEHNKEN, H. ; HAUKE, V.: Determination of steep stress gradients by X-ray diffraction - results of a joint investigation. In: *Materials Science and Engineering A* 300 (2000), S. 41–51
- [40] RUPPERSBERG, H. ; DETEMPLE, I. ; KRIER, J.: Evaluation of Strongly Non-Linear Surface-Stress Fields  $\sigma_{xx}(z)$  and  $\sigma_{yy}(z)$  from Diffraction Experiments. In: *phys. stat. sol.* (1989), Nr. 116, S. 681–687

- [41] RUPPERSBERG, H. ; DETEMPLE, I.: Evaluation of the Complex Stress Field in a Ground Steel Plate from Energy Dispersive X-Ray Diffraction Experiments. In: *Mat. Sci. Eng.* (1993), Nr. 161, S. 41–44
- [42] GENZEL, Ch. ; STOCK, C. ; REIMERS, W.: Application of energydispersive diffraction to the analysis of mutliaxial residual stress fields in the intermemdiate zone between surface and volume. In: *Materials Science and Engineering A* 372 (2004), S. 28–43
- [43] GENZEL, C. ; DENKS, I.A. ; GIBMEIER, J. ; KLAUS, M. ; WAGENER, G.: The materials science synchrotron beamline EDDI for energydispersive diffraction analysis. In: *Nucl. Instr. and Meth. A* 578 (2007), S. 23–33
- [44] WEBSTER, P. J. ; MILLS, X. D. G. andWang a. G. andWang ; KANG, W. P. ; HOLDEN, T. M.: Impediments to Efficient Through-Surface Strain Scanning. In: *J. Neutron Research* 3 (1996), S. 223–240
- [45] WITHERS, P. J. ; PREUSS, M. ; WEBSTER, P. J. ; HUGHES, D. J. ; KORSUNSKI, A. M.: Residual Strain Measurement by Synchrotron Diffraction. In: *Mat. Sci. Forum* 404-407 (2002), S. 1–12
- [46] NEFF, H.: *Grundlagen und Anwendung der Rontgenfeinstrukturanalyse*. München : Oldenburg Verlag, 1962 (2)
- [47] R. DELHEZ, E. J. M. T. H. de Keijser K. T. H. de Keijser: Role of X-Ray Diffraction Analysis in Surface Engineering: Investigation of Microstructure of Nitrided Iron and Steels. In: *Surf. Eng.* 3 (1987), S. 331–342
- [48] DOETSCH, G.: *Einführung in die Theorie und Anwendung der Laplace-Transformation*. 2. Basel und Stuttgart : Birkhauser Verlag, 1970
- [49] GIESSEN, B. C. ; GORDON, G. E.: X-Ray Diffraction: New High-Speed Technique Based on X-Ray Spectrography. In: *Science* 159 (1968), S. 973–975
- [50] LAURIAT, J. P. ; PÉRIO, P.: Adaptation d'un Ensemble de Détection Si(Li) à un Diffractometre X. In: *J. Appl. Cryst.* 5 (1972), S. 177–183
- [51] RUSS, J. C.: Fundamentals of energy dispersive X-ray analysis. In: *Butterworths* (1984)
- [52] BURAS, B.: Quantitative Structural Studies by means of the Energy-Dispersive Method with X-rays from a Storage Ring. In: *J. Appl. Cryst* 12 (1979), S. 531–536
- [53] BOURDILLON, A. J. ; GLAZER, A. M. ; HIDAKA, M. ; BORDAS, J.: High-Resolution Energy-Dispersive Diffraction Using Synchrotron Radiation. In: *J. Appl. Cryst* 11 (1978), S. 684–687

- [54] BECHTOLDT, C. J. ; PLACIOUS, R. C. ; BOETTINGER, W. J. ; KURIYAMA, M.: X-Ray Residual Stress Mapping in Industrial Materials by Energy Dispersive Diffractometry. In: *Adv. X-Ray Anal* 25 (1982), S. 329–338
- [55] KORSUNSKY, A. M.: Fast Residual Stress Mapping Using Energy-Dispersive Synchrotron X-Ray Diffraction on Station. In: *J. Synchrotron Rad.* 9 (2002), S. 77–81
- [56] RUPPERSBERG, H. ; DETEMPLE, I. ; KRIER, J.:  $\sigma_{xx}(z)$  and  $\sigma_{yy}(z)$  Stress Fields calculated from Diffraction Experiments Performed with Synchrotron Radiation in the  $\Omega$ – and  $\Psi$ –Mode Techniques. In: *Z. Kristallographie* 195 (1991), S. 189–203
- [57] PREDECKI, P.: Determination of depth profiles from X-ray diffraction data. In: *Powder Diffraction* 8 (1993), S. 122–126
- [58] HAUKE, V. ; KRUG, W. K.: Röntgenographische Ermittlung tiefenabhängiger Eigenspannungszustände nach Schleifen. In: *Härterei Tech. Mitt.* 43 (1988), Nr. 3, S. 164–170
- [59] DENKS, I.A.: *Entwicklung einer Methodik zur Erfassung randschichtnaher Eigenspannungsverteilungen  $\sigma(z)$  in polykristallinen Werkstoffen mittels enegiedispersiver Diffraction*, Universität Kassel, Diss., 2008
- [60] KOCH, Ernst-Eckhard (.: *Handbook of Synchrotron Radiation*. North-Holland Publishing Company, 1983
- [61] AUTHIER, André: *Dynamical Theory of X-Ray Diffraction*. Bd. 1. Oxford University Press. Oxford / New York, 2001
- [62] ELSNER, E. ; RIEKEL, C. ; ZACHMANN, G.: Synchrotron Radiation in Polymer Science. In: *Advances in Polymer Science* 67 (1985), S. 1–22
- [63] MOORE, M. G. ; EVANS, W. P.: Mathematical Correction for Stresses Removed Layers in X-Ray Diffraction Residual Stress Analysis. In: *SAE Trans* 66 (1958), S. 341–345
- [64] SOMERS, M. A. J. ; MITTEMEIJER, E. J.: Development and Relaxation of Stress in Surface Layers and Composition and Residual Stress Profiles in  $Fe_4N_{1-x}$  Layers on  $\alpha$ -Fe Substrates. In: *Met. Trans.* 21 (1990), S. 189–204
- [65] SOMERS, M. A. J. ; MITTEMEIJER, E. J.: Eigenspannungen in der Verbindungsschicht nitrierter Eisenwerkstoffe. In: *Härterei-Tech* 47 (1992), S. 175–182

- [66] GENZEL, C. ; REIMERS, W. ; SCHWARZ, O. ; GROSCH, J.: Development of the Residual Stress State in Case-Hardened Steels due to austenite Transformation by Deep Cooling, in Residual Stresses. In: *DGM-Informationsgesellschaft* (1993), S. 129–138
- [67] GENZEL, C. ; STOCK, B. C. a. C. and Wallis ; REIMERS, W.: The application of white radiation to residual stress analysis in the intermediate zone between surface and volume. In: *Nucl. Instr. and Meth.* 467-468 (2001), S. 1253–1256
- [68] GENZEL, Ch.: Formalism for the Evaluation of Strongly Non-Linear Surface Stress Fields by X-Ray Diffraction in the Scattering Vector Mode. In: *phys. stat. sol.* 146 (1994), S. 629–637
- [69] EIGENMANN, B. ; SCHOLTES, B. ; MACHERAUCH, E.: Eine Mehrwellenlängenmethode zur röntgenographischen Analyse oberflächennaher Eigenspannungszustände in Keramiken. In: *Mat.-wiss. u. Werkstofftech.* 21 (1990), S. 257–265
- [70] GENZEL, C.: A Self-Consistent Method for the X-Ray Diffraction Analysis of Multiaxial Residual-Stress Fields in the Near-Surface Region of Polycrystalline Materials. I. Theoretical Concept. In: *J. Appl. Cryst.* 32 (1999), S. 770–778
- [71] CRAIG, I.J.D. ; THOMPSON, A.M.: Why Laplace transforms are difficult to invert numerically. In: *Computers in Physics* 8 (1994), Nr. 6, S. 648–654
- [72] ZHU, X. ; BALLARD, B. ; PREDECKI, P.: Determination of z-profiles of diffraction data from  $\tau$ -profiles using a numerical linear inversion method. In: *Adv. X-ray Anal.* 38 (1995), S. 255–261
- [73] ZHU, X. ; PREDECKI, P. ; BALLARD, B.: Comparison of inverse Laplace and numerical inversion methods for obtaining z-depth profiles of diffraction data. In: *Adv. X-ray Anal.* 38 (1995), S. 263–268
- [74] ZHU, X. ; PREDECKI, P.: Residual Stress Depth Profiling on Ground and on Polished Surfaces of an  $Al_2O_3/SiC(w)$  Composite. In: *Adv. X-ray Anal.* 39 (1997), S. 371–380
- [75] PAPOULIS, A.: A New Method of the Inversion of the Laplace-Transform. In: *Quart. appl. Math* 14 (1956/57), S. 405–414
- [76] SPINELLI, R.A.: Numerical Inversion of a Laplace Transform. In: *SIAM J. Numer. Anal.* 3 (1966), S. 636–649
- [77] MILLER, M.K. ; GUY, W.T.: Numerical Inversion of the Laplace Transform by Use of Jacobi Polynomials. In: *SIAM J. Numer. Anal.* 3 (1966), S. 624–635

- [78] EIGENMANN, B. ; SCHOLTES, B. ; MACHERAUCH, E.: An improved Technique for X-Ray Residual Stress Determinations on Ceramics with steep Subsurface Stress Gradients. In: *Elsevier Applied Science* 1 (1992), S. 601–606
- [79] EIGENMANN, B. ; MACHERAUCH, E.: Determination of Grinding Residual Stress States in Surface Layers of Engineering Ceramics Using Synchrotron X-rays. In: *Z. Metallkd.* 86 (1995), Nr. 2, S. 84–90
- [80] EIGENMANN, B.: *Röntgenographische Analyse inhomogener Spannungszustände in Keramiken, Keramik-Metall-Fügeverbindungen und dünnen Schichten*, Universität Karlsruhe, Diss., 1990
- [81] LEVERENZ, T. ; EIGENMANN, B. ; MACHERAUCH, E.: Das Abschnitt-Polynom-Verfahren zur zerstörungsfreien Ermittlung gradientenbehafteter Eigenspannungszustände in den Randschichten von bearbeiteten Keramiken. In: *Z. Metallkunde* 87 (1996), S. 616–625
- [82] WANG, X.-L. ; SPOONER ; S. ; HUBBARD, C. R.: Theory of the Peak Shift Anomaly due to Partial Burial of the Sampling Volume in Neutron Diffraction Residual Stress Measurements. In: *J. Appl. Cryst.* 30 (1998), S. 52–59
- [83] WILSON, A. J. C.: Röntgenstrahl-Pulverdiffraktometrie, mathematische Theorie. In: *Eindhoven, Niederlande : Philips Technische Bibliothek* (1965)
- [84] STEUWER, A. ; PEEL, M. ; BUSLAPS, T.: Aspects of Residual Stress Determination using Energy-Dispersive Synchrotron X-ray Diffraction. In: *Materials Science Forum* 524-525 (2006), S. 267–272
- [85] XIONG, Y.-S. ; WITHERS, P. J.: A deconvolution method for the reconstruction of underlying profiles measured using large sampling volumes. In: *J. Appl. Cryst.* 39 (2006), S. 410–424
- [86] WANNER, A. ; DUNAND, D.C.: Synchrotron X-Ray Study of Bulk Lattice Strains in Externally Loaded Cu-Mo Composites. In: *Metallurgical and Materials Transactions* 31 (2000), S. 2949–2962
- [87] LIENERT, U. ; POULSEN, H. F. ; MARTINS, R. V. ; KVICK, Å.: High Energy Microscope for Local Strain Measurements within Bulk Materials. In: *Materials Science Forum* 347-349 (2000), S. 95–100
- [88] EIGENMANN, B. ; MACHERAUCH, E.: Röntgenographische Untersuchung von Spannungszuständen in Werkstoffen, Teil 3. In: *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik* 27 (1996), S. 426–437

- [89] INTERNETQUELLE: URL <http://www.webelements.com/webelements/elements/text/Al/radii.html>,  
Diss., letzter Zugriff: 30.03.2006
- [90] INTERNETQUELLE: URL <http://www.webelements.com/webelements/elements/text/Ti/radii.html>,  
Diss., letzter Zugriff: 30.03.2006
- [91] KLEBER, W.: *Einführung in die Kristallographie*. 15. Berlin : VEB Verlag Technik, 1983. –  
383–384 S. – ISBN 553–176–1
- [92] Darstellung der Ergebnisse von Partikelgrößenanalysen - Teil 1: Grafische Darstellung. In:  
*Deutsche Norm DIN ISO 9276-1* (2004), S. 1–13

# A Anhang

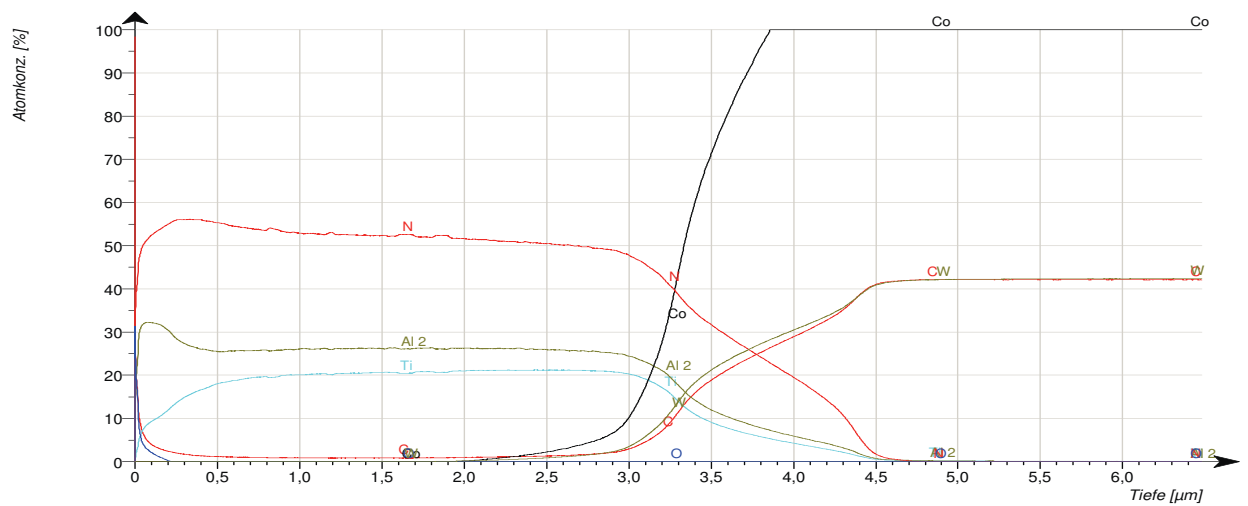


Bild A.1: GDOES Aufnahme vom Schichtsystem THR-S

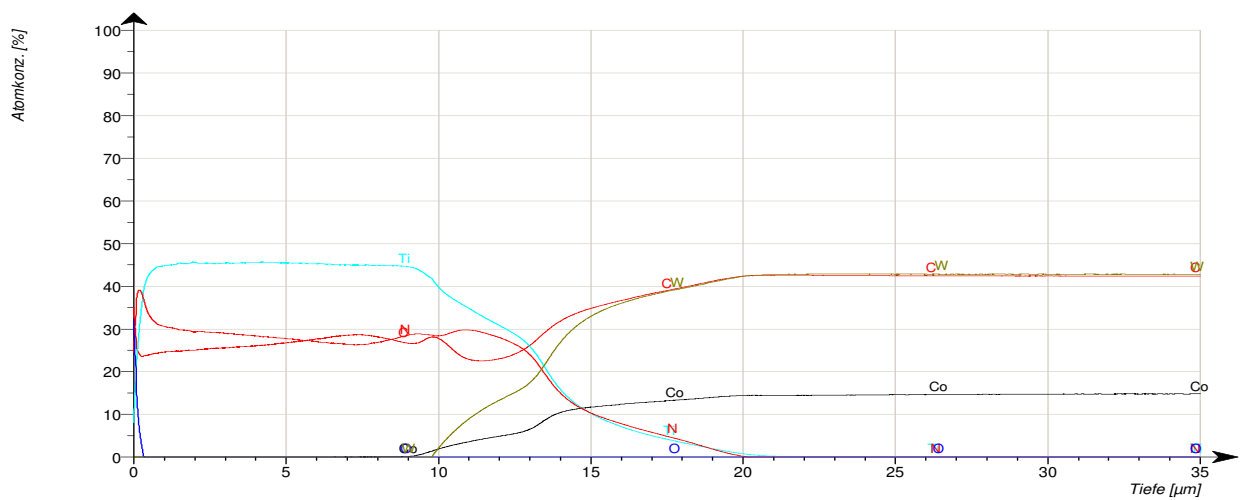


Bild A.2: GDOES Aufnahme vom Schichtsystem SEKN TiCN

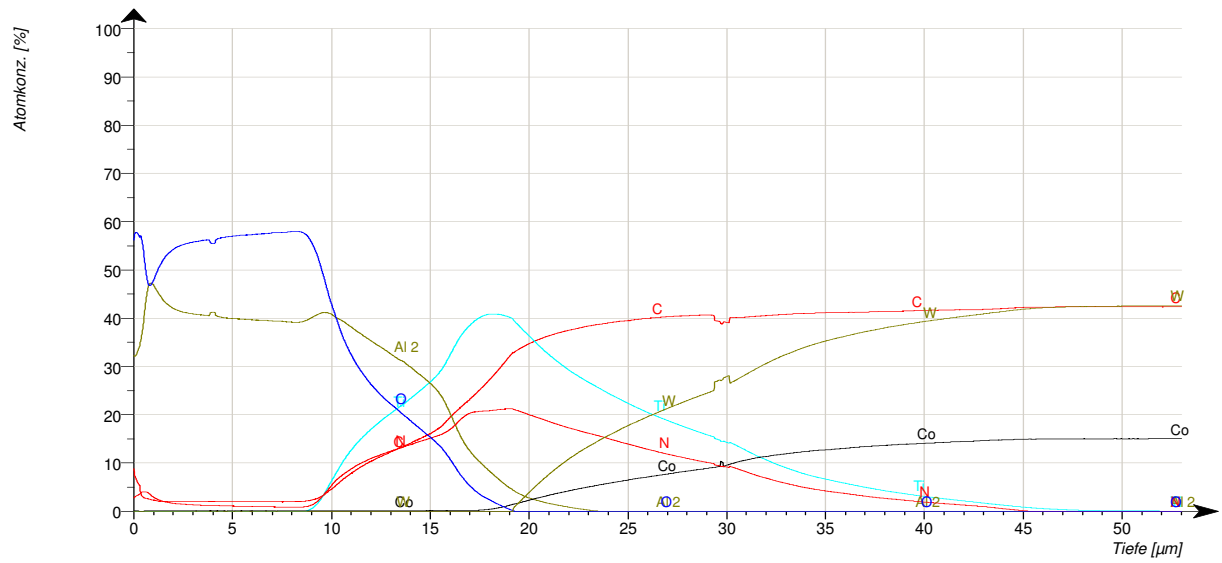


Bild A.3: GDOES Aufnahme vom Schichtsystem SEKN EK

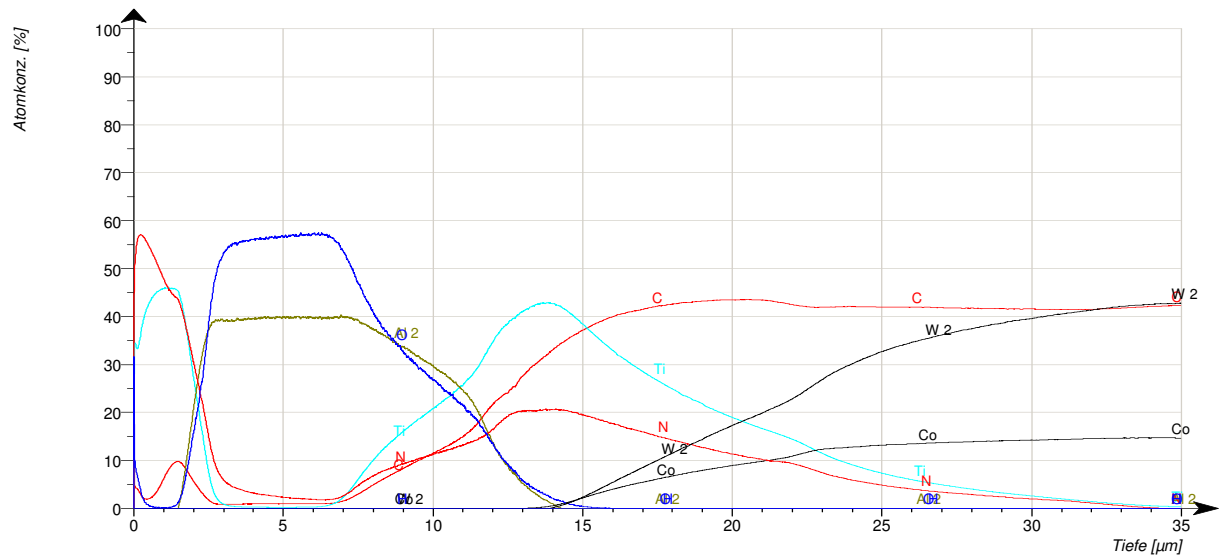


Bild A.4: GDOES Aufnahme vom Schichtsystem SEKN 75



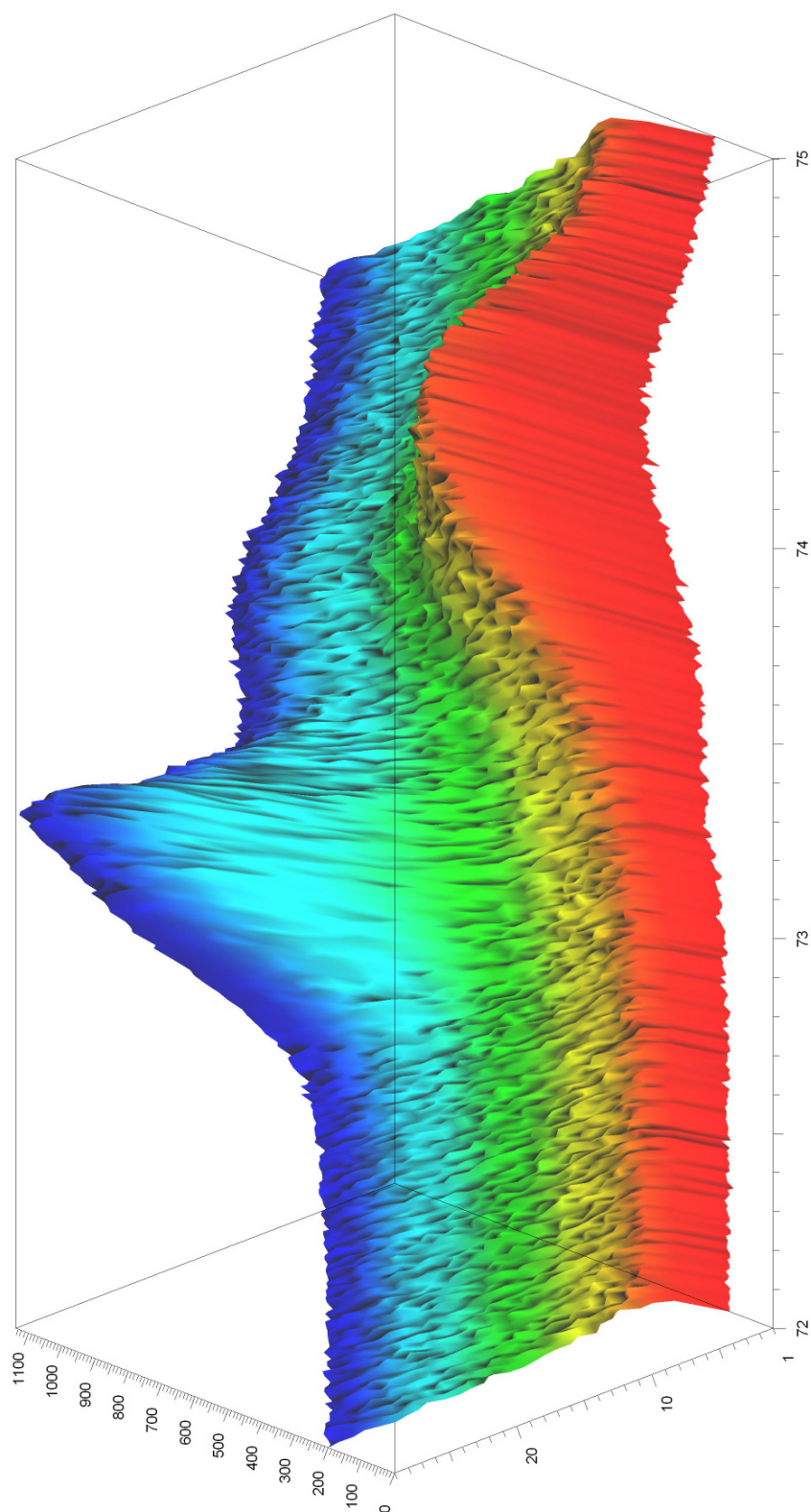


Bild A.5: Peakposition von TiN(311) im Vordergrund und  $\text{Al}_2\text{O}_3(201)$  im Hintergrund, dessen Auftreten erst bei  $\theta = 17^\circ$  beginnt.

Al2O3_berechnete Peaks				
Angle 2-Theta °	Intensity %	h	k	l
35,150	77	1	0	4
37,779	4	1	1	0
41,675	8	0	0	6
43,355	12	1	1	3
46,181	2	2	0	2
52,553	9	2	0	-4
57,499	100	1	1	6
59,745	2	2	1	1
61,134	12	2	1	-2
61,300	28	1	0	-8
66,521	6	2	1	4
68,214	6	3	0	0
70,419	2	2	1	-5
74,300	5	2	0	8
76,870	24	1	0	10
77,234	34	1	1	9
80,420	2	2	1	7
80,705	3	2	2	0
83,219	2	3	0	-6
83,220	2	3	0	6
84,362	2	2	2	3
85,146	2	3	1	-1
86,358	3	3	1	2
86,504	5	2	1	-8
88,995	12	2	0	-10
90,704	2	0	0	12
91,194	4	3	1	-4
94,825	2	3	1	5
95,253	14	2	2	6
98,401	2	4	0	-2
101,075	19	2	1	10
102,821	2	1	1	12
103,324	3	4	0	4
104,644	2	3	1	-7
109,550	2	3	2	1
109,859	2	2	1	-11
110,837	3	3	2	-2
110,994	7	3	1	8
114,073	6	2	2	9
116,109	10	3	2	4
116,596	7	1	0	-14
117,862	3	4	1	0
120,221	2	3	2	-5
122,047	4	4	1	3
124,602	6	4	0	-8
127,685	20	3	1	-10
129,877	5	3	0	12

Pattern : 00-046-1212			Radiation = 1.540598				Quality : High				
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>											
Aluminum Oxide Corundum, syn											
			2 $\theta$	i	h	k	j				
			25.579	45	0	1	2				
			35.153	100	1	0	4				
			37.777	21	1	1	0				
			41.676	2	0	0	6				
			43.356	66	1	1	3				
			46.176	1	2	0	2				
			52.550	34	0	2	4				
			57.497	89	1	1	6				
			59.740	1	2	1	1				
			61.118	2	1	2	2				
			61.300	14	0	1	8				
			66.521	23	2	1	4				
			68.214	27	3	0	0				
			70.420	1	1	2	5				
			74.299	2	2	0	8				
			76.871	29	1	0	10				
			77.226	12	1	1	9				
			80.422	1	2	1	7				
			80.700	2	2	2	0				
			83.217	1	3	0	6				
			84.359	3	2	2	3				
			85.143	1	1	3	1				
			86.363	2	3	1	2				
			86.503	3	1	2	8				
			88.997	9	0	2	10				
Lattice : Rhombohedral			Mol. weight = 101.96								
S.G.: R-3c (167)			Volume [CD] = 254.81								
a = 4.75870			Dx = 3.987								
c = 12.99290			Z = 6								
Sample source or locality: The sample is an alumina plate as received from ICDD. General comments: Unit cell computed from d <sub>obs</sub> . Optical data: A=1.7604, B=1.7686, Sign=- Data collection flag: Ambient.											
Huang, T., Parrish, W., Masciocchi, N., Wang, P., Adv. X-Ray Anal., volume 33, page 295 (1990)											
Radiation : CuKα1			Filter : Not specified								
Lambda : 1.54056			d-sp : Diffractometer								
SS/FOM : F25~357(0.0028,25)											

Bild A.6: Auszug aus der PDF Datenbank und die berechneten Peaks für  $\text{Al}_2\text{O}_3$  für größere Winkel

Pattern : 00-046-1200		Radiation = 1.540598				Quality : High			
AlN		2 $\theta$	i	h	k	l			
Aluminum Nitride		38.531	30	1	1	1			
		44.772	100	2	0	0			
		65.186	55	2	2	0			
		78.344	10	3	1	1			
		82.541	11	2	2	2			
		99.227	6	4	0	0			
		112.211	4	3	3	1			
		116.779	17	4	2	0			
Lattice : Face-centered cubic		Mol. weight = 40.99							
S.G. : Fm-3m (225)		Volume [CD] = 66.18							
a = 4.04500		Dx = 4.113							
Z = 4									
<p><b>Sample source or locality:</b> Al N powder with the wurtzite structure was provided by Tokuyama Soda Co. Ltd.</p> <p><b>Sample preparation:</b> Al N (wurtzite) powder was raised in pressure to 11.5-16.5 GPa and temperature to 1000-1600 C for 30-60 minutes, then quenched to ambient pressure and temperature; above 16.5 GPa and 1400 C, the cubic Al N phase forms.</p> <p><b>Data collection flag:</b> Ambient.</p>									
Vollstadt, H., Ito, E., Akaishi, M., Akimoto, S., Fukunaga, O., Proc. Jpn. Acad., Ser. B, volume 66, page 7 (1990)									
Radiation : CuK $\alpha$		Filter : Not specified							
Lambda : 1.54180		d-sp : Diffractometer							
SS/FOM : F8=155(0.0064,8)									

Pattern : 00-032-1383		Radiation = 1.540598				Quality : High														
TiC		2 $\theta$	i	h	k	l														
Titanium Carbide Khamrabaevite, syn <b>Also called:</b> hongquille		35.907	80	1	1	1	1													
		41.711	100	2	0	0	0													
		60.450	60	2	2	0	0													
		72.371	30	3	1	1	1													
		76.141	17	2	2	2	2													
		90.804	10	4	0	0	0													
		101.785	13	3	3	3	1													
		105.502	25	4	2	0	0													
		121.377	25	4	2	2	2													
		135.355	16	5	1	1	1													
Lattice : Face-centered cubic		Mol. weight = 59.91																		
S.G. : Fm-3m (225)		Volume [CD] = 81.04																		
a = 4.32740		Dx = 4.911																		
Z = 4																				
<p><b>Color:</b> Dark gray</p> <p><b>Sample source or locality:</b> The sample was obtained from Kennametal, Latrobe, Pennsylvania, USA.</p> <p><b>Additional pattern:</b> To replace 6-614 and 31-1400.</p> <p><b>Temperature of data collection:</b> Pattern taken at 25 C.</p> <p><b>Additional pattern:</b> See ICSD 22259 (PDF 73-472); See ICSD 26952 (PDF 74-1219); See ICSD 1546 (PDF 71-298).</p> <p><b>Data collection flag:</b> Ambient.</p>																				
Natl. Bur. Stand. (U.S.) Monogr. 25, volume 18, page 73 (1981)																				
CAS Number: 12070-08-5																				
Radiation : CuK $\alpha$ 1		Filter : Monochromator crystal																		
Lambda : 1.54060		d-sp : Not given																		
SS/FOM : F10= 98(0.0103,10)		Internal standard : W																		

Pattern : 00-038-1420		Radiation = 1.540598				Quality : High				
TiN    Titanium Nitride Osbornite, syn		2 $\theta$	i	h	k	l				
		36.663	72	1	1	1				
		42.597	100	2	0	0				
		61.814	45	2	2	0				
		74.070	19	3	1	1				
		77.964	12	2	2	2				
		93.172	5	4	0	0				
		104.677	6	3	3	1				
		108.611	14	4	2	0				
		125.678	12	4	2	2				
		141.320	7	5	1	1				
Lattice : Face-centered cubic		Mol. weight = 61.91								
S.G. : Fm-3m (225)		Volume [CD] = 76.32								
a = 4.24173		Dx = 5.388								
Z = 4										
<p><b>Sample source or locality:</b> The sample was obtained from City Chemical Corporation, New York, USA.</p> <p><b>Color:</b> Dark greenish brown</p> <p><b>Temperature of data collection:</b> The mean temperature of data collection was 26.2 C.</p> <p><b>Additional pattern:</b> To replace 6-642 (2).</p> <p><b>Analysis:</b> No impurity found by SEM with Energy Dispersive Spectrometer (EDS).</p> <p><b>Structure:</b> The structure was determined by Christensen (1).</p> <p><b>Data collection flag:</b> Ambient.</p>										
Wong-Ng, W., McMurdie, H., Paretskin, B., Hubbard, C., Dragoo, A., NBS, Gaithersburg, MD, USA., ICDD Grant-in-Aid (1987)										
CAS Number: 12033-66-8										
Radiation : CuK $\alpha$ 1		Filter : Monochromator crystal								
Lambda : 1.54060		d-sp : Diffractometer								
SS/FOM : F10=176(0.0057,10)		Internal standard : Si								

Pattern : 00-051-0939		Radiation = 1.540598				Quality : High				
WC    Tungsten Carbide Unnamed mineral, syn [NR]		2 $\theta$	i	h	k	l				
		31.512	47	0	0	1				
		35.642	100	1	0	0				
		48.297	83	1	0	1				
		64.024	13	1	1	0				
		65.758	4	0	0	2				
		73.106	16	1	1	1				
		75.480	7	2	0	0				
		77.101	13	1	0	2				
		84.070	10	2	0	1				
		98.716	7	1	1	2				
		108.138	5	2	1	0				
		109.067	1	0	0	3				
		109.808	5	2	0	2				
		117.303	9	2	1	1				
Lattice : Hexagonal		Mol. weight = 195.86								
S.G. : P-6m2 (187)		Volume [CD] = 20.76								
a = 2.90631		Dx = 15.669								
c = 2.83754										
Z = 1		I/Cor = 14.94								
<p><b>Color:</b> Black</p> <p><b>Melting point:</b> 2825</p> <p><b>Sample source or locality:</b> Commercial source - Cerac (T-1173).</p> <p><b>Analysis:</b> Chemical analysis (wt.%): C 6.153, V 0.08, Ca &lt;0.01.</p> <p><b>Additional pattern:</b> See ICSD 15406 (PDF 72-97); ICSD 22258 (PDF 73-471).</p> <p><b>Additional pattern:</b> To replace 25-1047.</p> <p><b>Sample source or locality:</b> Described as a mineral from Mengyin, Shandong and Danba, Sichuan, China. Zianhong, Z., Guojie, Y., Zhaozhi, L., <i>Acta Mineral. Sinica</i>, 6 344-349 (1986).</p> <p><b>Data collection flag:</b> Ambient.</p>										
Mayo, W., H&M Analytical Services, Inc., Allentown, NJ, USA., ICDD Grant-in-Aid (1999)										
CAS Number: 12070-12-1										
Radiation : CuK $\alpha$ 1		Filter : Beta								
Lambda : 1.54060		d-sp : Diffractometer								
SS/FOM : F14=327(0.0031,14)		Internal standard : Si								

# Thesen zur Diplomarbeit

1. Die unbehandelten PVD-Schichtsysteme wiesen alle Zugspannungen auf, in der Größe von  $\sigma_{TiCN} = 600MPa$  und  $\sigma_{Al_2O_3} = 300MPa$ . Bei der CVD-Schicht von  $Ti_1Al_xN_{1-x}$  sind Druckspannungen von  $\sigma = -700MPa$  gemessen wurden.
2. Durch zwei unterschiedliche Strahlbehandlungen wurden die Spannungswerte in Richtung des Druckspannungsbereiches verschoben. Mit dem Trockenstrahlen ist ein weniger starkes absenken des Spannungswertes gegenüber dem Nassstrahlens aufgetreten.
3. Während der Spannungsbestimmung an dem Biegemodul hat sich die Spannung der Deckschichten TiCN und  $Ti_1Al_xN_{1-x}$  während der Messungen nicht verändert. Aus REM-Aufnahmen hat sich gezeigt das diese Schichten in sich gerissen sind und die Schichthaftung erhalten geblieben ist.
4. Bei der  $Al_2O_3$  Schicht hat sich die Zugspannung während der Messung verringert, was auf durch Risse in der Schicht und ein Kompensieren von Spannungen in diesen Bereichen herrühren.
5. Bei der Untersuchung an dem Biegemodul sind weitere Untersuchungen an unbeschichteten Materialien notwendig.
6. Zu beachten sind für die Gradientenmessungen, dass mehrere einzelne, sich nicht überlagernde, Peaks der zu untersuchenden Schicht vorhanden sind. Zusätzlich ist eine sehr genaue Justage der Probe in den Strahlengang der Röntgenanlage nötig um den Fehler während der Messung zu verringern.
7. Aus den Gradientenmessungen ergeben sich für alle Proben ein steiler Anstieg des Spannungswertes in dem Bereich bis zu einem Einstrahlwinkel von  $\theta \approx 1^\circ$ . Der Vergleich der Spannungswerte mit dem  $\sin^2\psi$ -Verfahren und dem Gradientenverfahren zeigt eine Verschiebung der konstanten Spannung im Material zu einem höheren Spannungswert an. Der  $\sin^2\psi$ -Messwert liegt bei einem Einstrahlwinkel von  $\theta \approx 0,7^\circ$  für die Gradientenmethode vor.
8. In diesen Proben sind Absenkungen der Spannungsverläufe nach der Strahlbehandlung aufgetreten. Diese zeigen einen periodischen Verlauf bei höheren Einstrahlwinkeln.
9. In den  $Al_2O_3$ -Schichten einen signifikanten Unterschied des Spannungsverlaufes in den beiden Nassgestrahlten Proben. Die direkt behandelte Probe zeigt einen geringeren Gradienten und einen höheren Zugspannungswert, als die noch mit TiCN bedeckte Schicht.
10. Zur Optimierung der Messmethode sind weitere Untersuchungen an dünneren und anderen Schichtsystemen notwendig.